

Deckblatt



BUNDESGESELLSCHAFT
FÜR ENDLAGERUNG

Projekt	PSP-Element	Funktion/Thema	Komponente	Baugruppe	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: I
NAAN	NNNNNNNNNN	NNAAANN	AANNNA	AANN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000				GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

Titel der Unterlage:

SCHACHTANLAGE ASSE II: NACHWEIS DER LANGZEITBESTÄNDIGKEIT FÜR DEN
SORELBAUSTOFF DER REZEPTUR A1

Ersteller:

ERCOSPLAN, TU BAF (IFAC), IFG

UnidRiO:

Stempelfeld:

bergrechtlich verantwortliche
Person:

atomrechtlich verantwortliche
Person:

Projektleitung:

Freigabe zur Anwendung:

Datum und Unterschrift

Diese Unterlage unterliegt samt Inhalt dem Schutz des Urheberrechts sowie der Pflicht zur vertraulichen Behandlung auch bei Beförderung und Vernichtung und darf vom Empfänger nur auftragsbezogen genutzt, vervielfältigt und Dritten zugänglich gemacht werden. Eine andere Verwendung und Weitergabe bedarf der ausdrücklichen Zustimmung der BGE.

Revisionsblatt



**BUNDESGESELLSCHAFT
FÜR ENDLAGERUNG**

Projekt	PSP-Element	Funktion/Thema	Komponente	Baugruppe	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: II
NAAN	NNNNNNNNNN	NNAAANN	AANNA	AANN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000				GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

Titel der Unterlage:

SCHACHTANLAGE ASSE II: NACHWEIS DER LANGZEITBESTÄNDIGKEIT FÜR DEN SORELBAUSTOFF DER REZEPTUR A1

Rev.	Rev.-Stand Datum	UVST	Prüfer	Rev. Seite	Kat.*	Erläuterung der Revision

*) Kategorie R = redaktionelle Korrektur
 Kategorie V = verdeutlichende Verbesserung
 Kategorie S = substantielle Änderung
 mindestens bei der Kategorie S müssen Erläuterungen angegeben werden

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 1 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Schachtanlage Asse II:

Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1

Auftragnehmer

ERCOSPLAN Ingenieurgesellschaft Geotechnik und Bergbau mbH
Arnstädter Straße 28
99096 Erfurt

in Zusammenarbeit mit:

TU Bergakademie Freiberg, Institut für Anorganische Chemie
Leipziger Straße 29
09596 Freiberg


Institut für Gebirgsmechanik GmbH
Friederikenstraße 60
04279 Leipzig

Erfurt, 10.08.2018, Unterschrift

Dr. H. Rauche
Geschäftsführer,
ERCOSPLAN

Dr. D. Freyer
Projektleiterin,
IfAC der TU BA Freiberg

Dr. T. Popp
Prokurist,
IfG Leipzig

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 2 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

Impressum

Auftraggeber: Bundesgesellschaft für Endlagerung
Willy-Brandt-Str. 5
38226 Salzgitter
Telefon: 030 18333 - 7000
E-Mail: poststelle@bge.de
Internet: www.bge.de


Ersteller: ERCOSPLAN Ingenieurgesellschaft Geotechnik und Bergbau mbH
Arnstädter Straße 28
99096 Erfurt
Telefon: 0361 3810 500
Telefax: 0361 3810 505
E-Mail: mining@ercosplan.com
Internet: www.ercosplan.com

Dr. Daniela Freyer
TU Bergakademie Freiberg, Institut für Anorganische Chemie
Leipziger Straße 29
09596 Freiberg

Dr. Till Popp
Institut für Gebirgsmechanik GmbH
Friederikenstraße 60
04279 Leipzig

Abbildungen: TU Bergakademie Freiberg, Institut für Anorganische Chemie
Institut für Gebirgsmechanik GmbH


Der Bericht wurde im Auftrag der Bundesgesellschaft für Endlagerung (BGE) erstellt. Die BGE behält sich alle Rechte vor. Insbesondere darf dieser Bericht nur mit Zustimmung der BGE zitiert, ganz oder teilweise vervielfältigt bzw. Dritten zugänglich gemacht werden.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 3 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Revisionsblatt:

Rev.	Rev.-Stand (Datum)	revidierte Seite	Kat. (*)	Erläuterung der Revision
00	27.04.2018			Ersterstellung

*) Kategorie R = redaktionelle Korrektur
 Kategorie V = verdeutlichende Verbesserung
 Kategorie S = substantielle Revision
 Mindestens bei der Kategorie S müssen Erläuterungen angegeben werden

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 4 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

KURZFASSUNG

Verfasser: ERCOSPLAN Ingenieurgesellschaft Geotechnik und Bergbau mbH,
TU Bergakademie Freiberg, Institut für Anorganische Chemie,
Institut für Gebirgsmechanik GmbH


Titel: Schachtanlage Asse II:
Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1

Stand: 27.04.2018

Der Sorelbaustoff der Rezeptur A1 ist als Baustoff für die Schachtverschlussbauwerke der Tageschächte Asse 2 und Asse 4 der Schachtanlage Asse II vorgesehen. Hierbei soll der Baustoff in einem kohäsiven Füllsäulenabschnitt sowohl eine lastabtragende Funktion übernehmen, als auch eine langzeitwirksame Dichtfunktion, mit dem Ziel, eine Ausbreitung von ggf. radionuklidbelasteten Lösungen aus dem Grubengebäude in die Biosphäre zu minimieren, so dass keine unzulässigen Auswirkungen auf den Menschen und die Umwelt eintreten. Der Erhalt der hierfür erforderlichen hydraulisch-mechanischen Baustoffeigenschaften innerhalb des Nachweiszeitraumes ist u.a. anhand der geochemischen Langzeitbeständigkeit des Baustoffes gegenüber angreifenden, korrosiven Medien nachzuweisen. Unter Berücksichtigung der Bedingungen am Standort ist in diesem Zusammenhang der Kontakt des Baustoffes mit $MgCl_2$ -haltigen Lösungen (Gruben- und / oder Gegenflutungslösungen) wesentlich.


Der Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1 ist über einen Integritätsnachweis, d.h. über den Nachweis des Vorhandenseins der erforderlichen hydraulisch-mechanischen Eigenschaften sowie des Erhaltes dieser Eigenschaften nach Lösungskontakt zu führen, da im Baustoff neben der thermodynamisch stabilen 3-1-8 Phase, ein nicht auszuschließender Anteil an der gegenüber $MgCl_2$ -haltiger Lösung metastabilen 5-1-8 Phase vorliegen kann. Ein Teil davon ist technologisch bedingt, da bei der großtechnischen Verarbeitung des Baustoffes die Rezepturkomponenten eine Schwankungsbreite aufweisen.

Der Sorelbaustoff der Rezeptur A1 weist entsprechend den Anforderungen an Verschlussbauwerke eine hohe Festigkeit (einaxiale Druckfestigkeiten zwischen 40 MPa und 67 MPa) und eine geringe Gaspermeabilität ($K < 5 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$) auf. Der Schwankungsbereich dieser Werte resultiert aus der textuellen (Verteilung, Größe und Form von Gefügekomponenten) und stofflichen Heterogenität des Baustoffes (Lithologie von Bindemittel und Zuschlag, insbesondere mit variierenden Bindemittelphasenanteilen von ausschließlich 3-1-8 Phase bis hin zu hälftigen Anteilen von 3-1-8 Phase und 5-1-8 Phase). Ein Lösungskontakt bewirkt für den unter Einspannung befindlichen Baustoff keine Veränderung dieser hydraulisch-mechanischen Kennwerte im Rahmen der baustofflithologisch bedingten Schwankungsbreite. Für den Baustoff lassen sich Lösungspermeabilitäten von $K < 10^{-20} \text{ m}^2$ ausweisen. Die im gegebenen Fall anteilig im Baustoffgefüge enthaltene 5-1-8 Phase bewirkt bei Lösungskontakt phasenumbildungsbedingt (Umbildung in die 3-1-8 Phase) eine zusätzliche Verringerung der Lösungspermeabilität bis hin zur Selbstabdichtung.


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 5 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

INHALTSVERZEICHNIS

KURZFASSUNG	4
INHALTSVERZEICHNIS	5
ABBILDUNGSVERZEICHNIS	7
TABELLENVERZEICHNIS	13
ANHANGSVERZEICHNIS	14
ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	17
1 VERANLASSUNG UND AUFGABENSTELLUNG	23
2 VORBETRACHTUNGEN	24
2.1 BAUSTOFFANFORDERUNGEN AUS DER KONZEPTPLANUNG FÜR DEN VERSCHLUSS DER TAGESSCHÄCHTE	24
2.2 KENNTNISSTAND ZUM SORELBAUSTOFF DER REZEPTUR A1 VOR BEGINN DER UNTERSUCHUNGEN	25
2.3 VORLIEGENDER KENNTNISSTAND ZU DEN SORELPHASEN	26
3 UNTERSUCHUNGSPROGRAMM	28
3.1 ZIEL DER UNTERSUCHUNGEN	28
3.2 NACHWEISKONZEPT	28
3.3 EXPERIMENTELLE NACHWEISFÜHRUNG	29
3.4 MESSZIELE	30
3.5 BESTIMMUNGSMETHODIK FÜR DIE MESSZIELE	31
3.5.1 Bestimmung des Bindemittelphasenbestandes	31
3.5.2 Bestimmung mechanischer Parameter	32
3.5.3 Hydraulisches Verhalten	36
3.5.4 Porositätsbestimmung	40
3.5.5 Gefügebild-Visualisierung	41
3.5.6 Petrophysikalische Eigenschaften	41
3.6 ABLEITUNG DES UNTERSUCHUNGSPROGRAMMES IN ANLEHNUNG AN IN- SITU-DATEN UND ANFORDERUNGEN AN DIE PROBENHERSTELLUNG	43
3.6.1 Abbindetemperatur-Zeit-Fenster (TZF) – Untersuchungsfeld 1	44
3.6.2 Sekundärer Lösungszutritt – Untersuchungsfeld 2	44
3.6.3 Probe- und Messzellenaufbau	45
3.6.4 Probenansatz- und Beprobungsregime	48
4 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	51
4.1 VORBEREITENDE ARBEITEN	51
4.1.1 Charakterisierung der A1-Rezepturkomponenten	51

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 6 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

4.1.2	Vorversuch zur Probenherstellung	58
4.2	PROBEKÖRPERHERSTELLUNG	59
4.2.1	Anmischen des A1-Baustoffes.....	59
4.2.2	Frischbetonparameter.....	60
4.2.3	Beprobung, Probenmaterial, Prüfkörpervorbereitung und Lösungsdruckbeaufschlagung	62
4.2.4	Prüfregime für petrophysikalische und geomechanische Charakterisierung.....	63
5	ERGEBNISSE	64
5.1	TEMPERATURBEDINGTES ABBINDEVERHALTEN DER A1-REZEPTUR	64
5.1.1	Phasenbestands- und Druckentwicklung.....	64
5.1.2	Gefügeentwicklung	73
5.1.3	Petrophysikalische Probencharakterisierung.....	84
5.1.4	Geomechanische Probencharakterisierung.....	90
5.2	BAUSTOFFVERHALTEN BEI SEKUNDÄREN LÖSUNGSZUTRITT	95
5.2.1	Lösungspermeabilität und Druckverhalten	95
5.2.2	Porenraumsättigung und Phasenbestand nach Lösungszutritt	101
5.2.3	Geomechanische Probencharakterisierung.....	125
5.3	ERGEBNISSE VON UNTERSUCHUNGEN AN ALT-A1-PROBEN.....	131
5.3.1	Probenherkunft	131
5.3.2	Phasenbestand.....	132
5.3.3	Festigkeit und Verhalten bei Lösungszutritt.....	134
5.4	VERGLEICH GEOMECHANISCHER KENNDATEN DES A1-BAUSTOFFES VOR UND NACH LÖSUNGSZUTRITT MIT DER DATENBASIS ANDERER SORELBAUSTOFF-RREZEPTUREN	136
5.4.1	Referenzdatenbasis.....	136
5.4.2	Eigenschaftsvergleich unterschiedlicher Magnesiabaustoffrezepturen	139
6	SYNTHESE.....	148
6.1	ZUSAMMENFASSUNG	148
6.2	BEWERTUNG	153
	LITERATURVERZEICHNIS	156
	GLOSSAR	159
	ANHÄNGE.....	161
	Gesamtseitenzahl ohne Anhänge:	161
Stichworte:	A1-Sorelbaustoff, MgCl ₂ -haltige Lösung, Langzeitbeständigkeit, Integritätsnachweis, Abbindeprozess, geomechanische Parameter	

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 7 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abb. 1:	Versuchsanordnung Lösungsdruckbeaufschlagung.....	39
Abb. 2:	Temperatur-Zeit-Fenster, abgeleitet aus In-situ-Daten, innerhalb welcher das Abbinden von Laborproben zum Erhalt repräsentativer Prüfkörper erfolgt (links: TZF-Gesamtversuchsdauer, rechts: Ausschnitt für die ersten 70 Tage)	44
Abb. 3:	Gasdichte Probezelle (IfAC-Zelle) und deren Bestandteile (von links nach rechts: Verschraubungsvorrichtung mit Zellboden und Teflondichtungsscheibe; Deckel mit Teflondichtungsscheibe; komplett verschraubte Edelstahlprobezelle mit Edelstahlrohr und innerer PE-Hülse; Ø-innen = 30 mm, Ø-außen = 34 mm, h = 110 mm und einem Fassungsvermögen von 58 mL)	46
Abb. 4:	Gasdichte Probemesszelle (IfG-Zelle) zur Gewinnung von 3 Prüfkörpern für die Bestimmung mechanischer und hydraulischer Eigenschaften, zur Lösungsdruckbeaufschlagung und zur Erfassung des Druckverhaltens.....	47
Abb. 5:	Abschätzung der Durchtrittszeit für die Aufsättigung des Probekörpers (Ø = 100 mm, Probenhöhe = ca. 95 mm, mittlere Porosität = 5%) in Abhängigkeit vom Injektionsdruck und der Baustoffpermeabilität	48
Abb. 6:	Beprobungsplan bei zeitlichem Versatz der TZF für das Abbinden von A1-Laborproben (links: gesamter TZF-Beprobungsplan, rechts: Ausschnitt für die ersten 120 Tage)	49
Abb. 7:	Zitronensäuretestwerte für das Basisprodukt (MgO), Datenbasis mit 2211 Messwerten, zur Verfügung gestellt durch die Asse-GmbH (BfS 2011).....	52
Abb. 8:	Zitronensäuretestwerte für das Vorprodukt (MgO+NaCl), Datenbasis 1615 Messwerte, zur Verfügung gestellt durch die Asse-GmbH (BfS 2011).....	53
Abb. 9:	Ausschnitt aus den Pulverdiffraktogrammen des MgO (Basismaterial) (Lieferung von der Asse-GmbH am 12.01.2012 sowie von der Fa. Lehmann&Voss&Co im März 2012)	55
Abb. 10:	Ausschnitt aus dem Pulverdiffraktogramm des Steinsalzes der Fa. ESCO (erhalten von der Asse-GmbH am 12.01.2012)	57
Abb. 11:	Probenzustand nach Auspressen einer A1-Probe aus den IfG-Probemesszelle (s. Abb. 4; links: Zustand der Sinterscheiben und Kontakt zum Stempel; rechts: Filterpapier und Sinterscheiben)	58
Abb. 12:	Temperierschrank mit allen Probe- und Messzellen zum Startzeitpunkt des Abbindens in einem Temperatur-Zeit-Fenster	60
Abb. 13:	Vergleich der quasiadiabatischen Temperaturentwicklung des A1-Baustoffes für die drei eingesetzten MgO- bzw. Vorprodukt-Reaktivitäten	61
Abb. 14:	Probenzustand und Weiterverarbeitung nach Auspressen aus IfG-Probemesszelle: a) ausgepresste Probe (Vorprobe); b) die in Zementbinder eingegossene Probe in der Drehbank zum Ausbohren der drei Prüfkörper. Das Inset zeigt die Orientierung der Probezylinder für die gesteinsphysikalischen Untersuchungen sowie im Fall der angeströmten Probe die an das IfAC weitergereichten, orientierten Reststücke A, B, C und D (u.a. mit Angabe der Strömungsrichtung) für die weitergehende Analyse	62
Abb. 15:	Ausschnitt der Pulverdiffraktogramme der abbindenden A1-Rezeptur im TZF 60 mit der MgO-Reaktivität 2 innerhalb der ersten 200 Tage (Messbedingungen s. Abschnitt 3.5.1, Beprobungsregime s. Abschnitt 3.6.4)	66



 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 8 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Abb. 16:	Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 60 (erste 200 Tage nach Anmischen) für alle drei MgO-Reaktivitäten (Abschnitt 4.1.1).....	67
Abb. 17:	Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 60 für die MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 über einen Zeitraum von 4 Jahren nach dem Anmischen	67
Abb. 18:	Ausschnitt und Vergleich der Pulverdiffraktogramme der abbindenden A1-Rezeptur im TZF 90 mit der MgO-Reaktivität 2 innerhalb der ersten 200 Tage (Messbedingungen s. Abschnitt 3.5.1)	68
Abb. 19:	Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 90 (erste 200 Tage nach Anmischen) für alle drei MgO-Reaktivitäten (Abschnitt 4.1.1).....	68
Abb. 20:	Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 90 für die MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 über einen Zeitraum von 4 Jahren nach dem Anmischen	69
Abb. 21:	Vergleichender Ausschnitt der Pulverdiffraktogramme der abbindenden A1-Rezeptur im TZF 120 mit der MgO-Reaktivität 2 innerhalb der ersten 182 Tage (Messbedingungen s. Abschnitt 3.5.1)	69
Abb. 22:	Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 120 (erste 200 Tage nach Anmischen) für alle drei MgO-Reaktivitäten (Abschnitt 4.1.1).....	70
Abb. 23:	Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 120 für die MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 über einen Zeitraum von 4 Jahren nach dem Anmischen	70
Abb. 24:	Druck- und Phasenbestandsentwicklung bis 200 Tage nach Anmischen der A1-Rezeptur mit der MgO-Reaktivität 2 im Vergleich für alle drei TZF	71
Abb. 25:	Druck- und Phasenbestandsentwicklung bis 3 Jahre nach Anmischen der A1-Rezeptur mit der MgO-Reaktivität 2 im Vergleich für alle drei TZF	72
Abb. 26:	Porositätswerte für die abbindende A1-Rezeptur in Abhängigkeit vom Probenalter und den eingesetzten MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 für die drei TZF.....	75
Abb. 27:	REM-Aufnahmen (Beispielauswahl) des abbindenden A1-Baustoffes in den drei TZF im Zeitraum des Primärphasengefügezustandes (unter den Bildern ist jeweils die Reaktivität des eingesetzten MgO's, das Alter der Probe nach Anmischen und der zum Zeitpunkt der Aufnahme vorliegende Bindemittelphasenbestand angegeben (A/PL = amorphe Phase inkl. Porenlösung))	77
Abb. 28:	REM-Aufnahmen des abgeordneten A1-Baustoffes in den drei TZF nach Einsetzen der Sekundärkristallisation (unter den Bildern ist jeweils die Reaktivität des eingesetzten MgO's, das Alter der Probe nach Anmischen und der zum Zeitpunkt der Aufnahme vorliegende Bindemittelphasenbestand angegeben (A = amorpher Bindemittelphasenanteil)).....	78
Abb. 29:	REM-Aufnahmen der A1-Baustoffproben aus den drei TZF mit lokal sichtbaren amorphen Bindemittelphasenanteilen (unter den Bildern ist jeweils das TZF, die Reaktivität des eingesetzten MgO's, das Alter Probe nach Anmischen und der zum Zeitpunkt der Aufnahme vorliegende Bindemittelphasenbestand angegeben (A = amorpher Bindemittelphasenanteil))	79
Abb. 30:	CT-Aufnahmen von ca. 5 mm x 5 mm x 5 mm Proben des A1-Baustoffes aus dem TZF 90 der MgO-Reaktivität 2; (das Alter der Proben ist zusammen mit dem Bindemittelphasenbestand jeweils unter den Bildern angegeben; Voxelgröße: 8,7 µm)	

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 9 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

	Links: Darstellung mit zunehmender Stoffdichte von schwarz nach weiß; Rechts: inverse Darstellung des Porenraums.....	81
Abb. 31:	CT-Aufnahmen der Baustoffproben ohne Steinsalzzuschlag aus dem TZF 60 (MgO-Reaktivität 2) (das Alter der Proben ist zusammen mit dem Bindemittelphasenbestand unter den Bildern angegeben (A/PL = amorphe Phase inkl. Porenlösung), Voxelgröße: 8,7 µm). Links: Darstellung mit zunehmender Stoffdichte von schwarz nach weiß; Rechts: inverse Darstellung des Porenraums.....	82
Abb. 32:	CT-Aufnahmen der Baustoffproben ohne Steinsalzzuschlag aus dem TZF 60 (MgO-Reaktivität 2) als 2D-Projektion (das Alter der Proben nach Anmischen und Phasenbestand sind jeweils unter den Bildern angegeben). Bereiche zunehmender Stoffdichte von schwarz nach weiß hin abgestuft zu erkennen.....	83
Abb. 33:	Probekörper (TZF 120-365d) für die geomechanische Charakterisierung.....	84
Abb. 34:	Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probendichte (ESA-A1-Prüfkörper nach Beendigung des TZF).....	85
Abb. 35:	Dichtevariation der A1-Proben innerhalb der drei TZF.....	86
Abb. 36:	Nomogramm zur Bestimmung der Gesamtporosität der A1-Proben auf Basis der spezifischen Probendichte. Dargestellt ist die aus der Dichtevariation der ESA-A1-Proben über die mittlere Feststoffdichte (50% 3-1-8 Phase und 50% 5-1-8 Phase) abgeleitete Spannweite der Gesamtporosität. Zusätzlich ist die Abhängigkeit der Luftporosität von der Suspensionsdichte bzw. für eine Feststoffdichte von 2,15 g/cm ³ nach Trocknung (mit Entwässerung der Bindemittelphase(n)) dargestellt.....	87
Abb. 37:	Gas-Permeabilitätstest am Bsp. der Probe TZF 120-182d (enthält entspr. Abschnitt 5.1.1 keine Porenlösung mehr).....	88
Abb. 38:	Gas-Permeabilitäten der A1-Baustoffproben aus den drei TZF in Relation zu den theoretischen unteren Messgrenzen (aufgrund der jeweiligen Strömungsrandbedingungen für jeden Versuch). Die individuellen Ergebnisse der Proben mit Gasdurchgang sind in Tab. 13 aufgeführt. Die gestrichelte Linie entspricht der Anforderung $k = 10^{-18} \text{ m}^2$ (s. Abschnitt 3.1).	90
Abb. 39:	Isotrope Kompaktion von A1-Proben aus den drei TZF: Spannungs-Verformungskurven (a) bei „schneller“ ($\dot{p} = 0,1 \text{ MPa/s}$) bzw. (b) bei „langsamer“ Belastung ($\dot{p} = 0,005 \text{ MPa/s}$) 91	
Abb. 40:	Festigkeits- und Verformungsverhalten im Mehrstufenversuch (TZF 90-730d): großes Diagramm: Spannungs-Verformungskurve σ_{Diff} vs. σ_{Ax} . Inset: Geomechanische Kennwerte aus den vier Belastungsstufen sowie das daraus abgeleitete MOHR-COULOMB-Diagramm	92
Abb. 41:	Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramme für a) TZF 60, b) TZF 90 und c) TZF 120. Das Referenzfeld aller A1-TZF-Proben (trocken sowie nach Anströmung (Abschnitt 5.2)) entspricht der grünen Umrandung	93
Abb. 42:	Relaxationsverhalten der A1-TZF-Proben; a) Spannungsabfall (normiert auf Startwert) vs. Zeit; b) Transformierter Spannungsverlauf vs. log Kriechrate. Für den Vergleich mit Untersuchungsfeld 2 ist der Variationsbereich (ohne TZF 120-2d) gekennzeichnet	94
Abb. 43:	Injektionsversuch an der Probe TZF 120-2d-LZ-657d	96




 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 10 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		


Abb. 44:	Anströmpermeabilität im zeitlichen Verlauf für die A1-Proben aus den drei TZF (Phase 1 und teilweise Phase 3)	99
Abb. 45:	Zeitliche Entwicklung des Zellendruckes (axiale Richtung) für alle A1-Proben aus den drei TZF während Phase 2 (Entlastungs-Haltezeit nach Lösungsdruckbeaufschlagung) 100	
Abb. 46:	Lösungsaufnahmeverhalten der A1-Proben aus allen drei TZF über die gesamte Versuchsdauer der Lösungsdruckbeaufschlagung	101
Abb. 47:	Nomogramm zur Bestimmung der Reichweite der Zutrittslösung in den A1-Probekörpern während der Lösungsdruckbeaufschlagung (entsprechend dem für die Proben in Abschnitt 5.1.2 bestimmten Porositätsbereich (effektive Porosität von 7% ± 3%)). Die gestrichelte rote Linie entspricht der erreichten Aufsättigung der Probe TZF 120-1095d-LZ-577d mit Lösungsdurchtritt	103
Abb. 48:	Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probendichte vergleichend für die unangeströmten A1-Proben (graue Symbole) und die angeströmte Proben aus den drei TZF	104
Abb. 49:	Nomogramm zur Bestimmung der Sättigung der angeströmten A1-Proben auf Basis der spezifischen Probendichte nach Versuchsende. Das rot umrandete Segment entspricht 50% der Proben	105
Abb. 50:	Untere Messgrenzen für Gas-Permeabilitäten (aufgrund der jeweiligen Strömungsrandbedingungen für jeden Versuch) der A1-Baustoffproben (nach Anströmung (nAS)) in Relation zu den bereits in Abb. 38 dargestellten Kennwerten von A1-Proben vor Anströmung. Die gestrichelte Linie entspricht der Anforderung $K = 10^{-18} \text{ m}^2$ (s. Abschnitt 3.1)	106
Abb. 51:	Ortsaufgelöste Phasenanalyse auf der Oberfläche der nach Lösungsdruckbeaufschlagung (für mind. 1,5 Jahre) ausgepressten A1-Probekörper ...	109
Abb. 52:	Bindemittelphasenbestandsentwicklung im A1-Baustoff im TZF 60 (MgO-Reaktivität 2) ohne und nach Lösungsdruckbeaufschlagung	110
Abb. 53:	Bindemittelphasenbestandsentwicklung im A1-Baustoff im TZF 120 (MgO-Reaktivität R2) ohne und nach Lösungsdruckbeaufschlagung	112
Abb. 54:	Bindemittelphasenbestandsentwicklung im A1-Baustoff im TZF 90 (MgO-Reaktivität R2) ohne und nach Lösungsdruckbeaufschlagung	113
Abb. 55:	Ortsaufgelöste Phasenanalyse der A1-Probe TZF 90-365d-LZ-859d (nach Lösungsdruckbeaufschlagung) über den Innenraum anhand der Mantelflächenvermessung erbohrter Einzelprüfkörper (links) sowie der nach Halbierung gewonnenen Schnittfläche (rechts)	114
Abb. 56:	Untersuchungsphasen: a) Probestückbeispiel (TZF 120-R2-28d); b) wurde an einem Faden hängend in die MgCl_2 -Lösung (Anmischlösung) eingetaucht; c) nach 44 Monaten in der Lösung	116
Abb. 57:	Porositätswerte (Quecksilberdruckporosimetrie) des A1-Baustoffes vor und nach Lösungszutritt (bei den drucklos in Lösung eingelagerten Proben (Abschnitt 5.2.2) handelt es sich um TZF 90-R1-28d und TZF 120-R1/R2/R3-28d (Mittelwert). Die Probekörper waren nach 44 Monaten in Lösung lagernd vollständig durchfeuchtet)	119

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 11 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

- Abb. 58: A1-Probe TZF 60-1095d-LZ-577d, für welche die Zutrittslösung mit Fluoreszin (gelbgrüne Fluoreszenz unter UV-Licht) versetzt war. Mantelflächen der Probekörperhälften (oben links) und Innenseite (unten links) nach auspressen und Prüfkörpergewinnung sowie ortsaufgelöster Phasenanalyse entlang der Mantelfläche (rechts) 122
- Abb. 59: A1-Probe TZF 120-1095d-LZ-577d, für welche die Zutrittslösung mit Fluoreszin (gelbgrüne Fluoreszenz unter UV-Licht) versetzt war. Mantelflächen der Probekörperhälften (oben links) und Innenseite (unten links) nach auspressen und Prüfkörpergewinnung sowie ortsaufgelöster Phasenanalyse entlang der Mantelfläche (rechts) 123
- Abb. 60: A1-Probe TZF 190-1095d-LZ-577d, für welche die Zutrittslösung mit Fluoreszin (gelbgrüne Fluoreszenz unter UV-Licht) versetzt war. Mantelfläche nach auspressen des Probekörpers und Innenseite einer Probekörperhälfte nach Prüfkörpergewinnung mit zugehörigen ortsaufgelösten Phasenanalysen und anhand lokal aus dem Innenbereich entlang der markierten Bruchkante (Bild unten rechts) entnommen pulverisierten Proben 124
- Abb. 61: Annahme der Ausbreitung der Lösungsfront in A1-Proben aus dem TZF 90 (3-1-8 und 5-1-8 Phase im Bindemittelphasenbestand) bis durch die Kristallisation von 3-1-8 Phase aus 5-1-8 Phase der lösungszugänglichen Porenraums wirksam verschlossen ist..... 125
- Abb. 62: Isotrope Kompaktion von A1-Proben (nach Anströmung mit MgCl₂-Lösung): Spannungs-Verformungskurven (a) bei „schneller“ Belastung ($\dot{p} = 0,1$ MPa/s) bzw. (b) bei „langsamer“ Belastung ($\dot{p} = 0,005$ MPa/s) 126
- Abb. 63: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramme für die A1-Proben (oben: vor Anströmung, entspricht Abb. 41) und (unten) nach Anströmung; a) TZF 60-Proben; b) TZF 90-Proben und c) TZF 120-Proben. Das Referenzfeld aller A1-Proben (unangeströmt / angeströmt) entspricht der grün gestrichelten Umrandung..... 127
- Abb. 64: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramm für die TZF 120-1095d-Probe vor und nach Anströmung im Referenzfeld aller A1-Proben (unangeströmt / angeströmt) entspricht der grün gestrichelten Umrandung 128
- Abb. 65: Vergleich der Verformung von Prüfkörpern mit unterschiedlichem Lösungssättigungszustand nach Mehrstufenversuch mit $\sigma_3 = 2 \cdot 10$ MPa (links: Prüfkörper aus Probe TZF 120-365d unangeströmt; Mitte: zwei Prüfkörper der teilgesättigten Probe TZF 2d-LZ-657d nach Lösungsdruckbeaufschlagung; rechts: Prüfkörper der vollständig gesättigten Probe TZF 120-1095d-LZ-577d) 129
- Abb. 66: Relaxationsverhalten (oben) der unangesrömt A1-Proben (entsprechend Abb. 42) und (unten) der angeströmt Proben; a) Spannungsabfall (normiert auf Startwert) vs. Zeit; b) Transformierter Spannungsverlauf vs. log Kriechrate..... 130
- Abb. 67: Dokumentation des Bohrkernmaterials, gewonnen aus dem mit A1-Baustoff verfüllten, ehemaligen Vorratsbunker auf der 750-m-Sohle der Schachanlage Asse II; errichtet im April 2007; Gewinnung der Bohrkern im Mai 2012; rote Markierungen: Proben für geochemische Phasenuntersuchungen (mit Angabe der Kernteufe); grüne Markierung: Probe für Durchströmungsversuch 132
- Abb. 68: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramm von einem Alt-A1-Kernstück (ca. 8,42 m – 8,62 m, aus Kiste 11 in Abb. 67) im Vergleich zum ESA-A1-Datenfeld (grün gestrichelt umrandet) sowie dem Datenfeld von A1-Asse SB-Proben aus der Qualitätskontrolle des Baus von Strömungsbarrieren (Asse-GmbH), (rot gestrichelt


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 12 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

	umrandet – s. Abb. 76). Das Inset zeigt die Spannungsdehnungskurven des Mehrstufenversuchs neben dem Alt-A1-Prüfkörper vor dem Versuch.....	134
Abb. 69:	Versuchsanordnung zur Durchströmung und Bestimmung der Volumenänderung von zylindrischen Proben (d = 98 mm, l = 115 mm).....	135
Abb. 70:	Verhalten einer Alt-A1-Probe (ca. 8,20 m – 8,35 m) gegenüber Lösungszutritt.....	136
Abb. 71:	Vergleich von Prüfkörpern der Magnesiabaustoff-Rezepturen: A1, B2 (DBM2), C3-Binder) und D4 (Spritz- bzw. Ortbeton-Variante)	138
Abb. 72:	Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probendichte (A1-Prüfkörper aus den drei TZF vor (ESA-A1) und nach Anströmung (ESA-nAS) im Vergleich mit Messwerten von A1-Proben aus dem Qualitätssicherungsprogramm für den Bau von Strömungsbarrieren (A1-Asse SB) - IfG Leipzig-Datenfundus).....	140
Abb. 73:	Nomogramm zur Bestimmung der Gesamtporosität von A1-Baustoffproben auf Basis der spezifischen Probendichte. Dargestellt ist die aus der Dichtevariation der ESA-A1-Proben über die mittlere Feststoffdichte (50% 3-1-8 Phase und 50% 5-1-8 Phase) abgeleitete Spannweite der Gesamtporosität. Zusätzlich ist die Streuweite der Dichte von A1-Proben aus dem Strömungsbarrierenbau der Asse mit der daraus abgeleiteten Bandbreite der Gesamtporosität dargestellt.....	141
Abb. 74:	Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probendichte für unterschiedliche MgO-Baustoffrezepturen (Laboransätze) - IfG Leipzig-Datenfundus (s. Referenz-Datenbasis)	142
Abb. 75:	Isotrope Kompaktion verschiedener MgO-Baustoffrezepturen (ERCOSPLAN 2015) im Vergleich mit den ESA-A1-Proben (grün gestrichelt umrandetes Feld): Spannungs-Verformungskurven (bei „langsamer“ Belastungsrate ($\dot{p} = 0,005$ MPa/s).....	143
Abb. 76:	Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramme von A1- Asse SB-Proben aus der Qualitätskontrolle des Baus von Strömungsbarrieren (Asse-GmbH) aus IfG Leipzig-Datenfundus im Vergleich zum ESA-A1-Datenfeld (grün gestrichelt umrandet).....	144
Abb. 77:	MOHR-COULOMB-Diagramme von Festigkeitskennwerten verschiedener MgO-Baustoffrezepturen (σ_1 vs. kleinste Hauptspannung σ_{\min} bzw. Manteldruck σ_3). Als Referenz ist das ESA-A1-Variationsfeld dargestellt. Das Inset zeigt einen erweiterten Spannungsbereich mit den Daten von D4-Ortbeton und Spritzbeton	145
Abb. 78:	Relaxationsverhaltens der verschiedenen MgO-Baustoffrezepturen im Vergleich: ESA-A1-Proben (grünes Variationsfeld); B2, C3 und D4 aus (ERCOSPLAN 2015): graue Kurven sowie entsprechend der Legende aus ((FREYER ET AL. 2015) sowie (IfG Leipzig-Daten aus 2017 im Rahmen von ELSA II) Differenzspannung vs. log Verformungsrate)	147

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 13 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		


TABELLENVERZEICHNIS

Tab. 1:	Basische Magnesiumchloridhydrate im System $Mg(OH)_2 - MgCl_2 - H_2O$	27
Tab. 2:	Beprobungsplan je TZF mit Probenbezeichnung für das Untersuchungsprogramm (* Bestimmung von Phasenbestand und mechanischen Parametern; ** Bestimmung mechanischer Parameter)	50
Tab. 3:	Rezepturbestandteile des A1-Baustoffes (DBE TEC 2008).....	51
Tab. 4:	Kennwerte für das Basismaterial (MgO) an 170 Proben aus dem Lieferumfang 2011 von der Asse-GmbH ermittelt (BfS 2011).....	53
Tab. 5:	Sollwerte der chemisch-mineralogischen Zusammensetzung des Basismaterials MgO, zur Verfügung gestellt durch die Asse-GmbH (BfS 2011).....	55
Tab. 6:	Zusammensetzung der Anmischlösung	56
Tab. 7:	Zusammensetzung der Anmischlösung (Komponenten aus Tab. 6 in Ionenkonzentrationen angegeben)	56
Tab. 8:	Kennwerte für den Steinsalzzuschlag aus 101 Lieferungen in 2011 (Liefersalz der Fa. ESCO) (BfS 2011).....	57
Tab. 9:	A1-Probeansätze	59
Tab. 10:	Frischbetonparameter der A1-Baustoff suspension, MgO-Reaktivität 2 (Anhang 2)	61
Tab. 11:	Berechnung des entstehenden Porenraumes beim Abbinden der A1-Rezeptur unter Verwendung der in Tab. 12 angegebenen Dichten.....	74
Tab. 12:	Dichten der Komponenten der A1-Baustoffrezeptur	74
Tab. 13:	Gas-Permeabilitätskennwerte für die A1-Proben aus den drei TZF.....	89
Tab. 14:	Injektionstests der A1-Proben aus den drei TZF mit Darstellung der Versuchsbedingungen der Phasen 1 bis 3 sowie der Klassifikation des verbleibenden Druckregimes in Phase 2 sowie den finalen Anströmpermeabilitäten	97
Tab. 15:	Übersicht zu den mit Druckregime angeströmten A1-Proben, Messzeitraum und injizierten Lösungsmengen	102
Tab. 16:	Beprobungsplan (gemäß Tab. 2) mit Kennzeichnung der Proben, welche drucklos und ohne Einspannung für 1,3 bis 5 Jahre in $MgCl_2$ -Lösung (Anmischlösung) eingelagert wurden (türkis unterlegt + Datum der Einlagerung); R1 bis R3 steht in der Probenbezeichnung für die MgO-Reaktivität	115
Tab. 17:	TZF 60-R1-Proben nach 3 bis 3,7 Jahren ohne Einspannung und drucklos in $MgCl_2$ - Lösung	117
Tab. 18:	TZF 90- und TZF 120-R2-Proben nach 3,7 Jahren ohne Einspannung und drucklos in $MgCl_2$ -Lösung.....	118
Tab. 19:	Übersicht zu angeströmten A1-Proben für die Zuordnung der in Abb. 57 dargestellten Porositätswerte vor und nach Lösungszutritt.	120
Tab. 20:	Phasenbestand der Alt-A1-Proben aus rot markierten Bereichen in Abb. 67	133


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 14 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

ANHANGSVERZEICHNIS

Anhang 1:	Datenblatt zur Anmischlösung der Asse-GmbH	162
Anhang 2:	Protokoll zum Anmischversuch von A1-Baustoff am 07.02.2012 in Freiberg	164
Anhang 3:	Protokoll zu den Suspensionsuntersuchungen	168
Anhang 4:	Dokumentation der geomechanischen Versuche des Untersuchungsfeldes 1	169
	Anhang 4.1: Probe TZF 60-2d	169
	Anhang 4.2: Probe TZF 90-2d	170
	Anhang 4.3: Probe TZF 120-2d	171
	Anhang 4.4: Probe TZF 60-28d	172
	Anhang 4.5: Probe TZF 90-28d	173
	Anhang 4.6: Probe TZF 120-28d	174
	Anhang 4.7: Probe TZF 60-182d	175
	Anhang 4.8: Probe TZF 90-182d	176
	Anhang 4.9: Probe TZF 120-182d	177
	Anhang 4.10: Probe TZF 60-365d	178
	Anhang 4.11: Probe TZF 90-365d	179
	Anhang 4.12: Probe TZF 120-365d	180
	Anhang 4.13: Probe TZF 60-730d	181
	Anhang 4.14: Probe TZF 90-730d	182
	Anhang 4.15: Probe TZF 120-730d	183
	Anhang 4.16: Probe TZF 60-1095d	184
	Anhang 4.17: Probe TZF 90-1095d	185
	Anhang 4.18: Probe TZF 120-1095d	186
Anhang 5:	Dokumentation der Anströmungsversuche des Untersuchungsfeldes 2	187
	Anhang 5.1: Probe TZF 60-2d-LZ-587d	187
	Anhang 5.2: Probe TZF 90-2d-LZ-1095d	188
	Anhang 5.3: Probe TZF 120-2d-LZ-1095d	189
	Anhang 5.4: Probe TZF 60-28d-LZ-667d	190


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 15 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 5.5:	Probe TZF 90-28d-LZ-587d	191
Anhang 5.6:	Probe TZF 120-28d-LZ-715d	192
Anhang 5.7:	Probe TZF 60-182d-LZ-865d	193
Anhang 5.8:	Probe TZF 90-182d-LZ-582d	194
Anhang 5.9:	Probe TZF 120-182d-LZ-615d	195
Anhang 5.10:	Probe TZF 60-365d-LZ-852d	196
Anhang 5.11:	Probe TZF 90-365d-LZ-859d	197
Anhang 5.12:	Probe TZF 120-365d-LZ-866d	198
Anhang 5.13:	Probe TZF 60-730d-LZ-691d	199
Anhang 5.14:	Probe TZF 90-730d-LZ-722d	200
Anhang 5.15:	Probe TZF 120-730d-LZ-722d	201
Anhang 5.16:	Probe TZF 60-1095d-LZ-577d	202
Anhang 5.17:	Probe TZF 90-1095d-LZ-577d	203
Anhang 5.18:	Probe TZF 120-1095d-LZ-577d	204
Anhang 6:	Dokumentation der geomechanischen Versuche des Untersuchungsfeldes 2	205
Anhang 6.1:	Probe TZF 60-2d-LZ-587d	205
Anhang 6.2:	Probe TZF 90-2d-LZ-1095d	206
Anhang 6.3:	Probe TZF 120-2d-LZ-657d	207
Anhang 6.4:	Probe TZF 60-28d-LZ-667d	208
Anhang 6.5:	Probe TZF 90-28d-LZ-587d	209
Anhang 6.6:	Probe TZF 120-28d-LZ-715d	210
Anhang 6.7:	Probe TZF 60-182d-LZ-865d	211
Anhang 6.8:	Probe TZF 90-182d-LZ-582d	212
Anhang 6.9:	Probe TZF 120-182d-LZ-615d	213
Anhang 6.10:	Probe TZF 60-365d-LZ-852d	214
Anhang 6.11:	Probe TZF 90-365d-LZ-859d	215
Anhang 6.12:	Probe TZF 120-365d-LZ-866d	216
Anhang 6.13:	Probe TZF 60-730d-LZ-691d	217

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 16 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018


Anhang 6.14: Probe TZF 90-730d-LZ-722d	218
Anhang 6.15: Probe TZF 120-730d-LZ-722d	219
Anhang 6.16: Probe TZF 60-1095d-LZ-577d	220
Anhang 6.17: Probe TZF 90-1095d-LZ-577d	221
Anhang 6.18: Probe TZF 120-1095d-LZ-577d	222

Anhang 7: Trocknung von A1-Proben	223
Gesamtseitenzahl mit Anhängen:	229

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 17 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS


Abb.	Abbildung
AtG	Gesetz über die friedliche Verwendung der Kernenergie und den Schutz gegen ihre Gefahren (Atomgesetz)
BMWi	Bundesministerium für Wirtschaft und Energie
bspw.	beispielsweise
bzw.	beziehungsweise
Co. KG	Compagnie Kommanditgesellschaft
d.h.	das heißt
DMS	Dehnmessstreifen
ev.	eventuell
Fa.	Firma
FKZ	Förderkennzeichen
FuE	Forschung und Entwicklung
ggf.	gegebenenfalls
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
KZL	Kennzeichnungsleiste
max.	maximal
n.b.	nicht bestimmbar
Nr.	Nummer
PE	Polyethylen
resp.	respektive
RT	Raumtemperatur
s.	siehe
Tab.	Tabelle
tw.	teilweise
TZF	Temperatur-Zeitfenster / Temperatur-Zeit-Regime
u.a.	unter anderem

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 18 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

UTD	Untertagedeponie
UTV	Untertageverwertung
vs.	versus, gegen
z.B.	zum Beispiel
z.T.	zum Teil
ZTW	Zitronensäuretestwert

Formelzeichen


c	[MPa], [kN/m ²]	Kohäsion
d	[mm]	Durchmesser, (Ø)
d _i	[mm]	Innendurchmesser, (Ø-innen)
ΔT	[K]	Temperaturänderung / -erhöhung
ΔV	[m ³]	Volumenänderung
ε _{AX}	[-]	axiale Dehnung
ε	[-], [%], [Vol.%]	Dehnung
ε̇	[1/s]	Verformungsrate
E	[GPa]	Elastizitätsmodul
φ	[°]	Reibungswinkel
F _{max}	[kN]	Maximalkraft
G	[GPa]	Schermodul / Schubmodul
h	[mm]	Höhe
I	[cps]	Intensität
K	[GPa]	Kompressionsmodul
l	[mm]	Länge
m	[g]	Masse
n	[%]	Porenanteil
v	[-]	Poissonzahl

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 19 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

\dot{q}		Volumenstrom
p	[kPa], [MPa]	Druck
\dot{p}	[MPa/s]	Belastungsgeschwindigkeit
pH-Wert	[-]	Maßzahl für die Wasserstoffionenkonzentration (pH = potentia hydrogenii)
ρ	[g/cm ³]	Dichte
s	[mm]	Wandstärke
σ	[MPa]	Spannung
σ_1	[MPa]	Maximale Hauptspannung
σ_3	[MPa]	Minimale Hauptspannung
Θ	[°]	Bragg-Winkel (Theta) / Winkel zur Netzebene
t	[s], [h], [d],	Zeit
T	[°C]	Temperatur
T_{\max}	[°C]	Maximaltemperatur
v_p	[km/s], [m/s]	P-Wellengeschwindigkeit
v_s	[km/s], [m/s]	S-Wellengeschwindigkeit

Einheiten


Å	Ångström
bar	Bar
cps	Counts per second
d	Tag
g	Gramm
g/cm ³	Gramm pro Kubikzentimeter
g/l	Gramm pro Liter
GPa	Gigapascal
h	Stunde
K	Kelvin

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 20 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

K/h	Kelvin pro Stunde
kg	Kilogramm
km/s	Kilometer pro Sekunde
kN	Kilonewton
kPa	Kilopascal
kW	Kilowatt
L	Liter
m	Meter
Ma. %	Massenprozent
mL	Milliliter
mm	Millimeter
m/s	Meter pro Sekunde
µm	Mikrometer
µs	Mikrosekunde
mol	Mol
MHz	Megahertz
MPa	Megapascal
V	Volt
Vol. %	Volumenprozent
s	Sekunde
°	Grad
°C	Grad Celsius
%	Prozent

Ionen und chemische Verbindungen

Ca ²⁺	Calcium-Ionen
CaSO ₄	Anhydrit

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 21 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		


Cl ⁻	Chlorid-Ionen
H ₂ O	Wasser
K ⁺	Kalium-Ionen
Mg ²⁺	Magnesium-Ionen
MgCl ₂	Magnesiumchlorid
MgCl ₂ -Lösung	Magnesiumchloridlösung
MgO	Magnesiumoxid
Mg(OH) ₂	Magnesiumhydroxid
3 Mg(OH) ₂ · MgCl ₂ · 8 H ₂ O	3-1-8 Phase
5 Mg(OH) ₂ · MgCl ₂ · 8 H ₂ O	5-1-8 Phase
9 Mg(OH) ₂ · MgCl ₂ · 4 H ₂ O	9-1-4 Phase
Na ⁺	Natrium-Ionen
NaCl	Natriumchlorid
R-Lösung	4,7 bis 5,1 molale Magnesiumchloridlösung
SO ₄ ²⁻	Sulfat-Ionen
Fe	Eisen

Kurzbezeichnungen der Baustoffrezepturen

A1	Rezeptur A1, resp. Asse-Baustoff
B2	Rezeptur B2, resp. Sorelbaustoff DBM2 (FKZ 02C1214)
C3	Rezeptur C3, resp. Sorelbaustoff R3a (FKZ 02E10880)
D4	Rezeptur D4, resp. Sorelbaustoff MB10 (FKZ 02C1204)

Projekt-Kurztitel

CARLA	Kurztitel des FuE-Vorhabens „Entwicklung eines Grundkonzeptes für langzeitstabile Streckendämme im leichtlöslichen Salzgestein (Carnallit) für UTD / UTV“ (FKZ 02C1204)
-------	---

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 22 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	


ESA-Vorhaben Kurztitel des Projektes: Entwurfsplanung der Schachtverschlussysteme für die Schachtanlage Asse II, Auftragnehmer: ERCOSPLAN, Unterauftragnehmer: TU BA Freiberg, IfG Leipzig

ESA-Erweiterung Kurztitel des Projektes: Vergleichende Untersuchungen zum Materialverhalten von Sorelbetonen, Auftragnehmer: ERCOSPLAN, Unterauftragnehmer: TU BA Freiberg, IfG Leipzig

MgO-SEAL Kurztitel des FuE-Vorhabens „MgO-Spritzbeton: Verhalten bei Angriff von MgCl₂-Lösung (MgO-SEAL)“ (FKZ 02E11435)

Behörden, Firmen und Institute

Asse-GmbH	Asse-GmbH – Gesellschaft für Betriebsführung und Schließung der Schachtanlage Asse II
BfS	Bundesamt für Strahlenschutz
BGE	Bundesgesellschaft für Endlagerung mbH (BGE)
DBE TEC	DBE Technology GmbH
DEUSA	DEUSA International GmbH
ERCOSPLAN	ERCOSPLAN Ingenieurgesellschaft Geotechnik und Bergbau mbH
ESCO	ESCO European Salt Company GmbH & Co. KG
GE Measurement & Control	GE Measurement & Control bzw. GE Inspection Technologies
GSF	Gesellschaft für Strahlenforschung (GSF)
GTS	GTS Grube Teutschenthal Sicherungs GmbH & Co. KG
HMGU	Helmholtz Zentrum München – Deutsches Forschungszentrum für Gesundheit und Umwelt
IfAC	Institut für Anorganische Chemie
IfG Leipzig / IfG	Institut für Gebirgsmechanik GmbH
K-UTEC	K-UTEC Salt Technologies AG
L & V & Co.	Lehmann & Voss & Co.
TU BA F / TU BA Freiberg	Technische Universität Bergakademie Freiberg
WPM Leipzig	WPM Werkstoffprüfsysteme Leipzig GmbH

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 23 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

1 VERANLASSUNG UND AUFGABENSTELLUNG

Gemäß der Vorgabe des § 57b AtG ist die Schachanlage Asse II unverzüglich stillzulegen. Bis zur Stilllegung, d.h. während des Betriebes der Schachanlage Asse II zwecks Rückholung der radioaktiven Abfälle, sind die notwendigen Maßnahmen zur Notfallplanung (ASSE-GMBH 2010) zu treffen. Teil dieser Maßnahmen sind u.a. die zu errichtenden Schachtverschlussbauwerke.

Die ERCOSPLAN Ingenieurgesellschaft Geotechnik und Bergbau mbH (ERCOSPLAN) wurde von der Bundesgesellschaft für Endlagerung mbH (BGE)¹, dem Betreiber der Schachanlage Asse II, mit der „Erarbeitung der Entwurfsplanung der Schachtverschlussysteme für die Schachanlage Asse II (Kurztitel: ESA-Vorhaben)“ beauftragt. Grundlage für die Bearbeitung stellt die vorliegende Konzeptplanung „Verfüllung und Verschluss der Schächte 2 und 4 des Bergwerkes Asse“ (DBE TEC 2008) dar, in der für beide Tagesschächte vom Schachtiefsten bis in Höhe der Dichtelemente sowie für das Hauptdichtelement der Einsatz von Sorelbaustoff der Rezeptur A1 vorgesehen ist.

Dieser Sorelbaustoff wurde unter Berücksichtigung der spezifischen Standortbedingungen auf der Schachanlage Asse II² als Baustoff für Verschlussbauwerke entwickelt und besitzt im Hinblick auf seinen Verwendungszweck angepasste verarbeitungstechnische sowie hydraulisch-mechanische Eigenschaften. Prinzipielle Aussagen zur Langzeitbeständigkeit sowie zur Eignung dieses Baustoffes für den geplanten Einsatz sind bereits in (ERCOSPLAN / TU BA FREIBERG / IFG LEIPZIG 2010) enthalten.

Der Nachweis der Langzeitbeständigkeit des Sorelbaustoffes der Rezeptur A1 liegt bislang nicht vor, so dass dieser Nachweis als Teilleistung im Rahmen des ESA-Vorhabens für die in diesem Zusammenhang definierten, standortspezifischen Randbedingungen zu erbringen war. Mit der Erbringung dieser Teilleistung wurden

- das Institut für Anorganische Chemie der TU Bergakademie Freiberg (IFAC der TU BA FREIBERG)

sowie


- die Institut für Gebirgsmechanik GmbH in Leipzig (IFG LEIPZIG),

jeweils als Unterauftragnehmer von ERCOSPLAN beauftragt. Der Leistungsumfang der Unterauftragnehmer umfasst u.a. auch die Entwicklung eines geeigneten Nachweiskonzeptes. Hierbei wurde berücksichtigt, dass der Nachweis in Abhängigkeit der Zusammensetzung des Bindemittelphasenbestandes im ausgehärteten Baustoff zu erbringen ist.

Der Phasenbestand bildet sich rezepturabhängig aus. Für Bindemittelphasen, bei denen es sich um Festphasen handelt, die mit zutretender $MgCl_2$ -haltiger Lösung im thermodynamischen Gleichgewicht stehen, ist die Langzeitbeständigkeit im Falle einer Durchfeuchtung des Baustoffes mit dieser Lösung gegeben. Liegt jedoch eine, in Bezug auf die zutretende $MgCl_2$ -haltige Lösung, metastabile Bindemittelphase vor, ist nachzuweisen, dass unter den vorliegenden standortspezifischen Randbedingungen, die an den Baustoff gestellten Anforderungen innerhalb des

¹ ehemals Bundesamt für Strahlenschutz (BfS)

² in Zusammenarbeit mit der heutigen K-UTEC Salt Technologies AG (K-UTEC)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 24 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Nachweiszeitraumes erhalten bleiben. Hierbei ist schwerpunktmäßig die Entwicklung der hydraulisch-mechanischen Eigenschaften des Sorelbaustoffes A1 infolge der Umwandlung von metastabiler 5-1-8 Phase in die thermodynamisch stabile 3-1-8 Phase unter Einwirkung von $MgCl_2$ -haltigen Lösungen³, wie sie im Grubengebäude der Schachanlage Asse II zu erwarten sind, bei verhinderter Volumenausdehnung (d.h. im „eingespannten Zustand“) zu untersuchen.

Da eine derartige Fragestellung eine experimentelle Nachweisführung erfordert, war aufbauend auf dem Nachweiskonzept ein geeignetes Untersuchungsprogramm zu erstellen und durchzuführen. Die Ergebnisse waren zu dokumentieren und zu bewerten. Dieses Untersuchungsprogramm konnte auch Grundlagenuntersuchungen zum Baustoffsystem enthalten, die für die Nachweisführung erforderlich sind, soweit zum Zeitpunkt der Beauftragung keine anderweitigen belastbaren Daten vorlagen bzw. in der einschlägigen Literatur recherchiert werden konnten.


2 VORBETRACHTUNGEN

2.1 BAUSTOFFANFORDERUNGEN AUS DER KONZEPTPLANUNG FÜR DEN VERSCHLUSS DER TAGESSCHÄCHTE

Ausgehend vom Stilllegungskonzept sowie der darauf basierenden Konsequenzenbetrachtung ergeben sich für den Einsatz von Sorelbaustoff der Rezeptur A1 als Verfüll- und Verschlussmaterial für die beiden Tagesschächte der Schachanlage Asse II gemäß (DBE TEC 2006, DBE TEC 2008) folgende materialspezifische Anforderungen, die auch für die Umsetzung von Vorsorge- und Notfallmaßnahmen an diesem Standort relevant sind:

- Die Verfüllung und die Verschlussbauwerke in den Tagesschächten Asse 2 und Asse 4 sind so auszulegen, dass sie ihre jeweilige Funktion über einen Zeitraum von ca. 100.000 Jahren erfüllen können.
- Die Auswahl der Verfüll- und Verschlussbaustoffe ist den anzutreffenden Gebirgsverhältnissen und -eigenschaften anzupassen.
- Schachtbereiche mit anstehendem Carnallit sind durch kohäsive Füllsäulenabschnitte zu schützen, so dass ein Umlöseprozess des Carnallits auf vernachlässigbare Größen reduziert wird.
- Die Füllsäulen müssen langfristig setzungsstabil sein.
- Die Verfüll- und Verschlussbaustoffe für die Tagesschächte müssen bis in das Niveau der oberen Widerlagersäule langzeitbeständig gegenüber einer Gegenflutungslösung ($MgCl_2$ -dominierte Lösung) sein.

³ Gruben- und / oder Gegenflutungslösungen

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 25 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

- Die Verschlussbauwerke in den Schächten müssen langfristig eine ausreichende Dichtheit gegen einen Fluidruck von oben in Höhe von 4,5 MPa sowie 8,0 MPa von unten sowie während der Flutungsphase, wegen der Stabilisierung des Grubengebäudes mit Druckluft, für einen Gasdruck von 2 MPa von unten aufweisen.
- Die integrale Lösungspermeabilität der Verschlussbauwerke einschließlich der sie umgebenden Auflockerungszonen darf maximal $5 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$ betragen. Daraus ergibt sich ein maximal zulässiger Volumenstrom von $0,1 \text{ m}^3/\text{a}$. Zur Gewährleistung dieser Anforderung wird für die technische Ausführung eine integrale Permeabilität von $<10^{-18} \text{ m}^2$ und ein Gaseindringdruck von 600 kPa als Erwartungswert vorgesehen.
- Im Bereich zwischen der 800-m-Sohle und der 700-m-Sohle müssen die Füllsäulen zusätzlich eine Strömungsbarrierenfunktion übernehmen. Die in diesen Bereichen zulässige integrale Permeabilität beträgt $5 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$.

2.2 KENNSTAND ZUM SORELBAUSTOFF DER REZEPTUR A1 VOR BEGINN DER UNTERSUCHUNGEN

Sorelbaustoff der Rezeptur A1 ist ein Magnesiabaustoff, der unter Berücksichtigung der Anforderungen in Abschnitt 2.1 speziell für den Einsatz auf der Schachtanlage Asse II entwickelt wurde. Dort wird er für stabilisierende und abdichtende Vorsorgemaßnahmen im Grubengebäude eingesetzt und ist derzeit im Rahmen der Notfallplanung auch für die Errichtung von Schachtverschluss-elementen mit Stütz-, Kapsel- und Dichtfunktion vorgesehen (ASSE-GMBH 2010).

Die Rezeptur des A1-Baustoffes wurde über Vorversuche anhand von Rezepturvarianten und alternativen Ausgangsstoffen entwickelt. Die nunmehr ausgewiesene Standardrezeptur besteht aus einem 3-Komponenten-Gemisch, welches sich


- aus dem Bindemittel Magnesiumoxid (MgO),
- dem Zuschlagstoff Steinsalz (NaCl)

und

- einer MgCl_2 -haltigen Anmischlösung

zusammensetzt. Die Anteile werden mit 11,3 Ma.% Magnesiumoxid, 63,7 Ma.% Steinsalzgrus und 25,0 Ma.% Anmischlösung angegeben (DBE TEC 2008).

Beim einzusetzenden Magnesiumoxid handelt es sich um kaustische Magnesia mit einer Reinheit von $>97 \text{ Ma.}\%$. Der Steinsalzgrus ist mit einer zulässigen Bandbreite für die Korngrößenverteilung bis zu einem Größtkorn von 4 mm ausgewiesen. Bei der Anmischlösung handelt es sich um eine konzentrierte MgCl_2 -Lösung mit einem Anteil von 28,6 Ma.% bis 31,6 Ma.% an MgCl_2 und einer Dichte von 1,32 g/L bei 20°C . Mit den Nebenbestandteilen an MgSO_4 (2,30 Ma.% bis 2,50 Ma.%), CaSO_4 (0,07 Ma.% bis 0,10 Ma.%), KCl (0,10 Ma.% bis 0,11 Ma.%) und NaCl (0,30 Ma.% bis 0,36 Ma.%) errechnet sich eine MgCl_2 -Molalität von $5,03 \text{ mol}/(\text{kg H}_2\text{O}) \pm 0,37 \text{ mol}/(\text{kg H}_2\text{O})$ (DBE TEC 2008).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 26 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Anhand von Labor-, Technikums- und In-situ-Versuchen wurde die technologische Verarbeitbarkeit der A1-Baustoffsuspension nachgewiesen (z.B. Verpumpbarkeit über mehrere hundert Meter in entsprechend dimensionierten Rohrleitungen). Die zugehörigen rheologischen Eigenschaften sind in (DBE TEC 2008) dokumentiert.

Die physikalischen Eigenschaften des erhärteten A1-Baustoffes, wie Verformungs- und Festigkeitsverhalten im ein- und triaxialen Spannungszustand sowie das hydraulische Verhalten, wurden in Anlehnung an die für Festbeton vorliegenden Prüfnormen (z.B. DIN EN 12390-3) an ausgehärteten Probekörpern ermittelt (DBE TEC 2008).

Dem Baustoff wird ein sogenanntes Quellverhalten anhand von Labormessungen bei 20°C, wie auch 30°C und 40% relativer Luftfeuchte zugewiesen (DBE TEC 2008). Auch bei Technikums- und In-situ-Versuchen wurde eine teilweise reversible „Quellung“ bei der Erhärtung der Baustoffkörper beobachtet.

Die Abbindereaktion von Sorelbaustoffen verläuft unabhängig von der Rezeptur generell exotherm. Für den A1-Baustoff wurde im Labor eine adiabatische Temperaturerhöhung von $78\text{ K} \pm 3\text{ K}$ gemessen. Unter quasiadiabatischen Bedingungen lagen die Messwerte im Bereich von $50\text{ K} \pm 8\text{ K}$. In-situ-Daten, die auf der Schachtanlage Asse II beim Bau der Pilotströmungsbarriere PSB A1 (HEYDORN E AL. 2015) sowie im Rahmen des Untersuchungsprogrammes im Blindschacht 4 (ERCOSPLAN / IFG LEIPZIG 2009) erhoben wurden, belegen Temperatur-entwicklungen von bis zu 80°C in der Kontaktzone zum Gebirge und über 100°C im Bauwerkskern. Vergleichbare Werte wurden auch für ähnlich großvolumige In-situ-Bauwerke aus Sorelbaustoffen mit anderer Rezeptur, d.h. für den B2-Baustoff⁴ (KUTEC 2008) und den D4-Baustoff⁴ (GTS 2010) registriert.


Sorelbaustoffe sind langzeitbeständig gegenüber MgCl_2 -haltigen Salzlösungen. Diese Aussage basiert auf thermodynamischen Daten, wie Löslichkeitsdaten, welche für die Bindemittelphase 3-1-8 ($3\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) bei 20°C vorliegen (D'ANS 1955).

Basierend auf diesen Löslichkeitsdaten wurden von der TU BA Freiberg vor mehr als 10 Jahren thermodynamische Berechnungen zur Bewertung der Langzeitbeständigkeit des A1-Baustoffes durchgeführt. Das Ergebnis dieser Bewertungen ist, dass neben der (gegenüber MgCl_2 -haltiger Lösung) stabilen 3-1-8 Phase auch die metastabile 5-1-8 Phase und eventuell restliches Magnesiumoxid nach dem Abbinden im A1-Baustoff vorliegt.

2.3 VORLIEGENDER KENNTNISSTAND ZU DEN SORELPHASEN

Bei den Bindemittelphasen von Sorelbaustoffen handelt es sich um basische Magnesiumchloridhydrate der allgemeinen Zusammensetzung: $x\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot y\text{MgCl}_2 \cdot z\text{H}_2\text{O} = x\text{-}y\text{-}z$ Phase. Im Lösungs-Feststoff-System $\text{Mg}(\text{OH})_2 - \text{MgCl}_2 - \text{H}_2\text{O}$ existieren in Abhängigkeit von der Lösungskonzentration und Temperatur mehrere Phasen (Tab. 1).

⁴ Eine Beschreibung der Baustoffrezepturen befindet sich in Abschnitt 5.4.1.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 27 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Tab. 1: Basische Magnesiumchloridhydrate im System $Mg(OH)_2 - MgCl_2 - H_2O$


Festphasen im System $Mg(OH)_2 - MgCl_2 - H_2O$	Bildungs- und Existenzbedingungen	
$x Mg(OH)_2 \cdot y MgCl_2 \cdot z H_2O$	Temperaturbereich	Stabilität
3-1-8	bis ca. 80°C	stabil
9-1-4	oberhalb 80°C	
2-1-4	ab ~60°C	
2-1-2	ab ~100°C	
3-1-0	ab ~170°C	
5-1-8	im Temperaturbereich der 3-1-8 Phase	metastabil

Bis auf die 5-1-8 Phase weisen alle Phasen in Abhängigkeit von Temperatur und Lösungskonzentration stabile Existenzbereiche auf (FREYER ET AL. 2015), (PANNACH ET AL. 2017). Die Phasen 2-1-4 und 2-1-2 bilden sich erst ab 60°C bzw. ab 100°C und nur in Gegenwart sehr hoher $MgCl_2$ -Lösungskonzentrationen. Das gilt auch für die 3-1-0 Phase, welche sich erst oberhalb von 170°C bildet bzw. stabil ist (BIANCO 1951). Letztere spielen für die Ausbildung der Bindemittelphasen im Sorelbaustoff der Rezeptur A1 keine Rolle. Als Bindemittelphasen des A1-Baustoffes kommen die 3-1-8 Phase, die 9-1-4 Phase und die 5-1-8 Phase in Betracht.

Aus der Literatur (z.B. RUNČEVSKI ET AL. 2014), ist darüber hinaus bekannt, dass weitere Phasen, das sind niedrigere Hydratstufen mit Mischkristallcharakter, bei der thermischen Behandlung oben genannter x-y-z Phasen entstehen können. Diesen kommt aber aufgrund ihrer Bildungs- und Existenzbedingungen keine Bedeutung als Bindemittelphasen des Sorelbaustoffes zu.

Generell wurde die Bildung der Sorelphasen in Gegenwart $MgCl_2$ -haltiger Lösungen unterschiedlicher Konzentration als ein über Wochen bis Jahre andauernder Prozess beobachtet (FREYER ET AL. 2015), (PANNACH ET AL. 2017).

Im Fall der Abbindereaktion von Sorelbaustoffen handelt es sich in erster Linie um eine kinetisch kontrollierte Phasenbildung, weshalb es auch zur Entstehung der 5-1-8 Phase kommen bzw. kommen kann. Für die Einstellung des Gleichgewichtszustandes (Bildung der 3-1-8 Phase) bedarf es eines ausreichend langen Kontaktes der 5-1-8 Phase mit Lösung. Je nach Rezeptur wird die Anmischlösung vollständig oder unvollständig für die Bindemittelphasenbildung verbraucht. Bei sofortigem, vollständigem Verbrauch der Anmischlösung würde erst bei einem nachfolgenden Lösungskontakt eine Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichts erfolgen, wenn sich beim Abbinden eine Phase (z.B. 5-1-8 Phase) gebildet hat, welche unter den Bedingungen von Temperatur und Konzentration der Kontaktlösung nicht stabil ist.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 28 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

3 UNTERSUCHUNGSPROGRAMM

3.1 ZIEL DER UNTERSUCHUNGEN

Das Ziel der Untersuchungen ist der Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1 für die standortspezifischen Randbedingungen auf der Schachtanlage Asse II.


3.2 NACHWEISKONZEPT

Der Nachweis der Langzeitbeständigkeit von Sorelbaustoffen ist in Abhängigkeit von der Zusammensetzung des Bindemittelphasenbestandes im ausgehärteten Baustoff zu führen und somit rezepturabhängig. Handelt es sich bei der ausgebildeten Bindemittelphase um eine mit zutretender $MgCl_2$ -haltiger Lösung im thermodynamischen Gleichgewicht stehende Festphase, ist die Langzeitbeständigkeit bei Lösungskontakt gegeben. Diese Situation liegt vor, wenn die Bindemittelphase mit der Zusammensetzung $3 Mg(OH)_2 \cdot MgCl_2 \cdot 8 H_2O$ (3-1-8 Phase) als alleinige Bindemittelphase das Gefüge des Baustoffes, neben inerten Zuschlagstoffen, ausbildet und es sich um eine $MgCl_2$ -haltige Kontaktlösung handelt. Die 3-1-8 Phase steht im thermodynamischen Gleichgewicht sowohl mit reiner $MgCl_2$ -Lösung ab einer Konzentration von 1,8 molal bis hin zur Sättigung (5,76 molal) als auch mit einer gesättigten NaCl-Lösung, welche eine Mindestkonzentration von 0,5 mol $MgCl_2$ /(kg H_2O) enthalten muss. Ein Gleichgewicht liegt auch mit anderen Lösungszusammensetzungen des ozeanischen Salzsystems, z.B. mit IP21-, IP22-, Q- oder auch R-Lösung vor (FREYER ET AL. 2015), (THEREDA 2017).

Entsteht mit dem Abbinden des Baustoffes eine andere Bindemittelphase, z.B. die 5-1-8 Phase, kommt es bei Lösungskontakt zur Umbildung in die 3-1-8 Phase. Mit dieser Umwandlung ist eine Volumenzunahme im Festphasenbestand unter Verbrauch und $MgCl_2$ -Abreicherung der Kontaktlösung verbunden. Der Festphasenzuwachs würde bei vollständiger Umwandlung der 5-1-8 Phase in die 3-1-8 Phase 33 Vol.% betragen.

Befindet sich der Baustoff (wie bspw. beim vorgesehenen Einsatz in Verschlussbauwerken) im eingespannten Zustand, ist das freie Volumen für den Festphasenzuwachs auf das Porenvolumen des Baustoffgefüges begrenzt. Die Umwandlung der 5-1-8 Phase in die 3-1-8 Phase sollte daher nur in geringem Umfang, mit einhergehendem Verschluss von Strömungswegen und unter Aufbau eines Kristallisationsdruckes erfolgen. Führt die damit verbundene Gefügeumwandlung zu keinen bzw. zu keinen die Anforderungen verletzenden Veränderungen der hydraulisch-mechanischen Eigenschaften, ist die Integrität⁵ des Baustoffes im Einbauzustand nachgewiesen. Mit diesem Integritätsnachweis wäre die Langzeitbeständigkeit des Baustoffes bei Lösungskontakt auch für den Fall belegt, wenn keine vollständige Umwandlung der metastabilen Bindemittelphase 5-1-8 erfolgen kann. Dieser Nachweis ist experimentell zu führen.

⁵ Integrität bedeutet das Vorliegen und der langzeitige Erhalt bestimmter Eigenschaften (MOENIG ET AL. 2012). Im vorliegenden Fall sind das Baustoffeigenschaften, wie Festigkeiten oder Dichtheit, die durch die Parameter Druckfestigkeit oder Permeabilität beschrieben werden.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 29 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

3.3 EXPERIMENTELLE NACHWEISFÜHRUNG

Der A1-Baustoff wurde unter Berücksichtigung der spezifischen Standortbedingungen auf der Schachtanlage Asse II als Baustoff für Verschlussbauwerke entwickelt. Bei der A1-Rezeptur handelt es sich um eine Ortbeton-Rezeptur. Aus dem vorgesehenen Einsatz dieses Baustoffes in Schachtverschlussbauwerken leiten sich Randbedingungen an die experimentelle Nachweisführung ab. Zu berücksichtigen sind insbesondere:

- die vollständige Behinderung der Volumenzunahme des Baustoffes im Einbring- und späterem Einbauzustand durch den Schachtstoß sowie angrenzende Verfüllabschnitte (= Einspannung),
- kurzfristig hohe Abbinde Temperaturen und lange Abkühlphasen aufgrund der großvolumigen Verarbeitung des Baustoffes,
- keine Austrocknung des Baustoffes im Bauwerksinneren während des Abbindeprozesses

sowie

- ein zu erwartender sekundärer Lösungszutritt.

Um den erforderlichen Integritätsnachweis für den Baustoff führen zu können, ist zu untersuchen, ob und wie sich die nach dem Abbinden in einem Schachtverschlussbauwerk vorliegenden hydraulisch-mechanischen Baustoffeigenschaften bei einem sekundären Lösungszutritt verändern (s. Abschnitt 3.2). Die Eigenschaften sind daher in zwei Untersuchungsfeldern zu ermitteln, d.h.:


- vor sekundärem Lösungszutritt = Untersuchungsfeld 1

sowie

- nach sekundärem Lösungszutritt = Untersuchungsfeld 2.

Im Untersuchungsfeld 1 ist der A1-Baustoff hinsichtlich der sich ausbildenden Bindemittelphasen während des Abbindens zu untersuchen. Da In-situ-Daten belegen (s. Abschnitt 2.2), dass bei einer großvolumigen Verarbeitung des A1-Baustoffes mit Abbinde Temperaturen in der Größenordnung von 100°C sowie mit langen Abkühlphasen zu rechnen ist (ERCOSPLAN / IFG LEIPZIG 2009) (HEYDORN ET AL. 2015), muss der Baustoff zum Erhalt von repräsentativen Probekörpern in entsprechenden Abbinde Temperatur-Zeit-Fenstern (TZF) abbinden. Zur Herstellung der Probekörper sind geeignete Probenzellen zu verwenden. An den Probekörpern ist der Bindemittelphasenbestand innerhalb der TZF entsprechend des vorliegenden Kenntnisstandes zu den Sorelphasen (s. Abschnitt 2.3) zu unterschiedlichen Zeitpunkten bis zum Abschluss der Abbinde reaktion zu bestimmen. Zu diesen Zeitpunkten sind auch die jeweils vorliegenden hydraulisch-mechanischen Baustoffeigenschaften zu ermitteln. Die erforderlichen Messziele zur Charakterisierung dieser Eigenschaften werden in Abschnitt 3.4 beschrieben.

Von der Ausbildung der 5-1-8 Bindemittelphase innerhalb des Abbindeprozesses ist auszugehen (Abschnitt 2.2). Daher ist im Untersuchungsfeld 2 der in den entsprechenden TZF erhärtende A1-Baustoff in geeigneten Probenzellen über einen ausreichenden Zeitraum mit MgCl₂-haltiger

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 30 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Lösung zu beaufschlagen (= sekundärer Lösungszutritt), um mögliche Veränderungen der Baustoffeigenschaften aufgrund der erwarteten Phasenumwandlung zu erfassen. Die Lösungsbeaufschlagung erfolgt zu den Zeitpunkten der Bindemittelphasenbestimmungen in Untersuchungsfeld 1. Zur Charakterisierung der hydraulisch-mechanischen Baustoffeigenschaften dienen die gleichen Messziele wie in Untersuchungsfeld 1, wobei nur im Untersuchungsfeld 2 die Lösungspermeabilität bestimmt werden kann.

Die Integrität des A1-Baustoffes ist nachgewiesen, wenn ein Vergleich des physikalisch-mechanischen Eigenschaftsspektrums aus Untersuchungsfeld 1 und 2 keine oder nur so geringe Veränderungen zeigt, dass die Anforderungen an den Baustoff noch erfüllt sind. Da bislang nur hydraulische Anforderungen an den Baustoff definiert sind ($k_{\max} \geq 10^{-18} \text{ m}^2$, s. Abschnitt 2.1) und konkrete mechanische Anforderungen erst im Rahmen von noch durchzuführenden Standsicherheitsbetrachtungen (z.B. anhand numerischer Berechnungen) ermittelt werden müssen, werden die hydraulisch-mechanischen Eigenschaften des abgebundenen A1-Baustoffes vor und nach Lösungszutritt miteinander verglichen und nur bzgl. der Baustoffdichtheit bewertet.

3.4 MESSZIELE

Der Nachweis erfordert u.a. Kenntnisse zum Bindemittelphasenbestand sowie zu den mechanischen und hydraulischen Baustoffeigenschaften.

1. Bindemittelphasenbestand

Es ist die mineral-chemische Zusammensetzung des Baustoffes zu ermitteln. Wesentlich sind neben dem Zuschlagstoff Steinsalz die aus Magnesiumoxid und der Anmischlösung entstehenden basischen Magnesiumchlorid-Hydrate (x-y-z Phasen).


2. Mechanisches Verhalten

Zur Charakterisierung von mechanischen Baustoffeigenschaften wird die mechanische Festigkeit bei schneller Belastung ermittelt. Sie beschreibt als Kurzzeitverhalten die mögliche Lastaufnahme eines Baustoffkörpers bis zum Bruchereignis. Sie wird dabei in Abhängigkeit von der Einspannung (Manteldruck) des Prüfkörpers und gleichzeitig zunehmender äußerer Krafteinwirkung bis hin zum Prüfkörperbruch (Bruchfestigkeit) bestimmt.

Kriechen als zeitabhängiger mechanischer Prozess unter isostatischen oder deviatorischen Spannungsrandbedingungen beschreibt das langzeitige Verformungsverhalten eines Materials bei konstanter Belastung, z.B. bei Konvergenz des Salzgebirges (Bestimmung durch Kriechversuche), oder die Spannungsänderung im eingespannten Zustand (Relaxation) bei konstantem Volumen der Probe (Bestimmung durch Relaxationsversuche).

3. Hydraulisches Verhalten

Die Permeabilität ist eine Kenngröße, welche die Durchströmbarkeit (Dichtheit) eines mechanisch eingespannten Feststoffs für einen vorhandenen hydraulischen Gradienten beschreibt. Dabei wird methodisch zunächst vorausgesetzt, dass es zwischen Feststoff und

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 31 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Fluid keine Wechselwirkung gibt. Unter der Randbedingung, dass beim Abbinden die Anmischlösung verbraucht wird und offener Porenraum vorliegt, kann der Feststoff danach mit einem inerten Gas durchströmt werden, woraus im Ergebnis eine Gaspermeabilität resultiert.

Für die Simulation des Lösungszutritts mit Aufsättigung des Porenraums wird als Fluid eine MgCl₂-haltige Lösung verwendet, wobei es je nach Bindemittelphasenzustand zu hydrochemischen Wechselwirkungen mit dem Fluid kommen kann (z.B. Umkristallisation / Auflösung / Ausfällung). Aus der Änderung der Fluidrate bei Anströmung bzw. Durchströmung wird die jeweilige Lösungspermeabilität bestimmt.

4. Weitere Messziele

Darüber hinaus sind die weiteren Parameter (Porosität, Porenraumstruktur und petrophysikalische Eigenschaften) zur Beschreibung und Erklärung des komplexen chemomechanischen Materialverhaltens erforderlich und mitzubestimmen.

Die Porosität stellt das Hohlraumvolumen des Baustoffkörpers dar, das sowohl das mechanische Kompaktionsverhalten als auch die hydraulischen Eigenschaften bestimmt. Dabei ist zwischen offenen Hohlräumen (offenen Poren), die untereinander und mit der Umgebung in Verbindung stehen und den isoliert voneinander und nicht mit der Umgebung in Verbindung stehenden Hohlräumen (geschlossener Porenraum) zu unterscheiden.

Die Porenraumstruktur ist zu visualisieren, um qualitative Aussagen darüber treffen zu können.


Als Methode zur pauschalen Charakterisierung des Probenzustandes und zur Überprüfung der Materialhomogenität werden als petrophysikalische Messgrößen die Dichte der Proben und die Ultraschallgeschwindigkeiten für diese bestimmt.

3.5 BESTIMMUNGSMETHODIK FÜR DIE MESSZIELE

3.5.1 Bestimmung des Bindemittelphasenbestandes

Zur Bestimmung des Phasenbestandes kristalliner Stoffe wird die Röntgendiffraktometrie (X-ray diffraction, XRD) eingesetzt. Wird die Probe fein zermahlen und das resultierende Pulver vermessen, handelt es sich um Pulverdiffraktometrie (Powder X-ray Diffraction, PXRD). Erfolgt die Messung an einer kompakten Probe, handelt es sich um orts aufgelöste Röntgendiffraktometrie. Mit beiden Messkonfigurationen kann qualitativ der Phasenbestand einer Probe anhand stoffspezifischer Röntgenbeugungsmuster (Referenzdaten) ermittelt werden.

Eine quantitative Phasenanalyse ist nur an einer Pulverprobe möglich. Die Quantifizierung erfolgt über die sogenannte Rietveld-Methode. Zur Quantifizierung des Pulverdiffraktogramms müssen die Kristallstrukturen der in der Probe enthaltenen Phasen bekannt sein, um in das Auswertungsprogramm implementiert werden zu können. Für die Sorelphasen, das Magnesiumoxid (MgO)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 32 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

sowie die einzig weitere Rezepturkomponente Steinsalz (NaCl) des A1-Baustoffes liegen diese Kristallstrukturdaten vor.

Um zuverlässige Quantifizierungsergebnisse zu erhalten, müssen die optimalen Messbedingungen über Vormessungen ermittelt werden. Für die Quantifizierung des A1-Phasenbestandes ergaben diese, dass die pulverisierten Proben in Transmission (Kapillarmesstechnik) zur Vermeidung von Textureffekten durch NaCl vermessen werden müssen. Zum Erhalt einer Mindestintensität (1.000 Counts) für die Hauptreflexe (unterhalb davon erhöht sich der Fehler des Quantifizierungsergebnisses auf über 3%) im 2-Theta-Bereich von 5° bis 95° ergab sich eine Messzeit von 7 Stunden für eine Probe.

Die Messungen wurden mit einem Röntgendiffraktometer D8 Discover der Fa. Bruker AXS mit der Konfiguration: CuK α -Stahlung, Göbelspiegel als Monochromator, rotierende Kapillare mit Pulverprobe und linearer Detektor Vantec-1) durchgeführt. Die anschließende Quantifizierung erfolgte mit dem Softwareprogramm TOPAS 4.2 (Fa. Bruker AXS).

Schwingungsspektroskopische Methoden sind zur Bestimmung des Phasenbestandes und insbesondere zu dessen Quantifizierung nicht geeignet, da die Schwingungsbereiche (IR, Raman) für die einzelnen Phasen nicht ausreichend separiert auftreten und im Fall des A1-Baustoffes die Zuschlagkomponente NaCl nicht detektierbar ist.

3.5.2 Bestimmung mechanischer Parameter


Mechanische Parameter bilden die Basis für die geomechanischen Integritätsnachweise (wie z.B. den Nachweis der Stabilität gegen Flüssigkeitsdruckbeaufschlagung), wobei im Rahmen dieses Untersuchungsprogrammes der Schwerpunkt auf der indexartigen Bestimmung von Vergleichsparametern zur Charakterisierung einer limitierten Probenanzahl (Abschnitt 3.6) liegt.

Zusätzliche Parameter, die zur Simulation einer In-situ-Situation benötigt werden (wie z.B. Haftzug- und Scherfestigkeiten im Kontaktbereich Baustoff / Gebirge) sind nicht Gegenstand dieser Untersuchungen.

Festigkeit

Als Festigkeit wird der Widerstand eines Körpers gegen Verformung oder Bruch bei mechanischer Belastung bezeichnet. Sie ist die wichtigste Bemessungsgröße für die Gewährleistung der Funktionstüchtigkeit von Tragelementen. Bei Schachtverschlussbauwerken zählen zu den Tragelementen bspw. Widerlager oder kombinierte Widerlager-Dichtelemente.


Ein wichtiger Festigkeitskennwert von kohäsiven Baustoffen ist die einaxiale Druckfestigkeit. Sie wird in der klassischen Betonprüfung durch einen Druckversuch mit eigens hergestellten Probekörpern zumeist als Würfelfestigkeit (Kantenlänge 150 mm) bzw. als Festigkeit eines Prüfzylinders (150 mm Durchmesser und 300 mm Höhe) ermittelt. Die hier verwendete Untersuchungsmethodik weicht in mehreren Punkten von der üblichen Baustoffprüfung ab:

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 33 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

- (1) Da es sich hier um Indexuntersuchungen an vergleichsweise kleinen Baustoffmengen mit feinkörnigem Steinsalzzuschlag (mit einer Korngröße von max. 4 mm) handelt, wird es als ausreichend eingeschätzt, die Druckfestigkeit an kleineren Zylinderproben (40 mm Durchmesser und 80 mm Höhe) zu bestimmen.
- (2) Ein- bzw. triaxiale Druckversuche werden am IfG Leipzig (abweichend von den Qualitätsprüfungen in der Baustoffindustrie) bevorzugt verformungsgeregelt (z.B. mit einer konstanten Verformungsrate von $9\%/h = 2,5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$) durchgeführt, wobei mit der Verformung automatisch die dafür notwendige Axialkraft servohydraulisch nachgeregelt wird. Im Ergebnis wird eine Spannungsdehnungskurve erhalten, die abhängig vom Manteldruck zunächst eine zunehmende Verfestigung bis zum Probenbruch und danach den Übergang in ein Restfestigkeitsniveau zeigt.
- (3) Die mit A1-Baustoff zu erstellenden Schachtverschlussbauwerke werden in radialer Richtung durch das aufkriechende Gebirge und in axialer Richtung durch einen möglichen Gas- bzw. Fluiddruck belastet, wobei die Belastungsraten entsprechend der In-situ-Bedingungen gering sein werden. Deshalb liegt hier, über die klassischen Untersuchungstechniken hinausgehend, der Schwerpunkt in der Untersuchung des Festigkeitsverhaltens unter triaxialer Einspannung, u.a. mit Ableitung einer Festigkeitskurve. Üblicherweise werden dafür triaxiale Drucktests an Einzelproben bei definierten, jeweils unterschiedlichen Einspannungen durchgeführt. Aufgrund des komplexen Untersuchungsprogrammes (s. Abschnitt 3.6) wird im Rahmen dieses Untersuchungsprogrammes für jede Probe ein triaxialer Mehrstufenversuch durchgeführt, der es ermöglicht, über den Wechsel der Einspannung mit insgesamt 4 Laststufen eine vollständige Festigkeitskurve aufzunehmen.
- (4) Die Probe wird analog zu den konventionellen Einstufen-Druckversuchen bei konstantem Manteldruck axial unter Vorgabe einer definierten Verformungsrate verformt. Bei Erreichen charakteristischer Verschiebungen oder Spannungszustände nahe dem Bruchpunkt (Annäherung an ein Maximum) wird die Belastung der Probe durch schnelles Absenken der erreichten Axialspannung rapide abgebrochen, so dass im Idealfall keine signifikante Schädigung des Prüfkörpers eintritt. Danach wird die nächste Belastungsstufe durch gleichzeitige Erhöhung der Axialkraft und des Manteldrucks angefahren und der Belastungsversuch wiederholt.

Für die Durchführung von triaxialen Druckversuchen an kleinen Prüfkörpern ($l = 80$ mm, $d = 40$ mm) wird vom IfG Leipzig das servohydraulische Prüfsystem SHM 250 (mit $F_{max} = 250$ kN, Hersteller: Fa. WPM Leipzig) eingesetzt. Mittels einer triaxialen Druckzelle können routinemäßig triaxiale Festigkeitsuntersuchungen nach dem Kármán-Prinzip $\sigma_1 \geq \sigma_2 = \sigma_3$ durchgeführt werden. Die Axialbelastung bzw. -verformung und der Manteldruck werden jeweils über eine Servohydraulik unabhängig voneinander geregelt. Die Versuchsdurchführung erfolgt gemäß der Empfehlung Nr. 2 der Deutschen Gesellschaft für Erd- und Grundbau (DGEG 1979).

Auf Basis der so ermittelten Festigkeitsdaten kann das Baustoffverhalten mit dem elasto-plastischen Stoffansatz nach MOHR-COULOMB in numerischen Berechnungen näherungsweise nachgebildet werden.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 34 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		


Zeit- und spannungsabhängiges Kompaktionsverhalten / Kriechen

Nach den Erfahrungen des IfG Leipzig lassen sich Sorelbaustoffe zuverlässig anhand ihres belastungs- und zeitabhängigen Kompaktionsverhaltens charakterisieren. Als Baustoffe mit einer gewissen Porosität unterliegen diese je nach Zusammensetzung und Gefügestand einer mehr oder weniger starken Volumenkompaktion. In Abhängigkeit der Materialzusammensetzung sowie der Einbaubedingungen sind die elastischen und plastischen Verformungsanteile unterschiedlich stark ausgeprägt. Bei vergleichsweise „weichen“ Materialien mit ausgeprägter Neigung zum Volumenkriechen sind die plastischen Verformungsanteile deutlich größer als die elastischen, d.h. der Kompaktionswiderstand des Materials ist gering und der Spannungsaufbau im Schachtverschlusselement infolge des aufkriechenden Gebirges schreitet nur langsam voran. Für den Fall „steifer“ Materialien wirkt sich der vergleichsweise schnellere Spannungsaufbau günstig auf die Funktionstüchtigkeit des Schachtverschlusselementes aus. Dementsprechend ist das Kompaktionsverhalten ein Qualitätsmerkmal.

Isotroper Druckversuch

Die Bestimmung des Verformungsmoduls erfolgt hier in Anlehnung an die DIN EN 12390-13 (Prüfung von Festbeton - Teil 13: Bestimmung des Elastizitätsmoduls unter Druckbelastung), wobei hier zwei verschiedene Belastungsgeschwindigkeiten (schnell: $\dot{p} = 0,1$ MPa/s bzw. langsam: $\dot{p} = 0,005$ MPa/s) in einem Belastungsregime mit Manteldrücken zwischen 0,2 MPa und 15 MPa mit mehreren Hysteresen realisiert werden. Die Proben werden in drei Zyklen (mit Zwischenentlastung bei jeweils 5 MPa, 10 MPa und 15 MPa) schrittweise belastet und die Spannungs-Volumenverformungskurve aufgezeichnet. Bei den im Rahmen dieses komplexen Untersuchungsprogrammes herstellbaren kleinen Proben ($l = 80$ mm, $\varnothing = 40$ mm, Abschnitt 4.2.3) ist keine exakte Querdehnungs- bzw. integrale Volumenmessung möglich. Es wird vereinfachend die Volumenverformung über die axiale Dehnungsmessung berechnet ($\Delta V = 3 \cdot \varepsilon_{Ax}$).

Es ist anzumerken, dass aus den so bestimmten Belastungskurven, keine unmittelbar in-situ relevanten Verformungsmodule, wie sie als Eingangsgrößen für numerische Modellierungen benötigt werden, bestimmt werden können, da bei den vergleichsweise schnellen Belastungsraten häufig zu hohe Steifigkeiten ermittelt werden. Deshalb führt das IfG Leipzig in anderen Vorhaben (z.B. Charakterisierung der Eigenschaften von A1-Baustoff für Strömungsbarrieren auf der Schachtanlage Asse II) zusätzlich isostatische Kriechversuche durch (s. unten), auf deren Basis ein sogenanntes Ersatzkompaktionsmodul abgeleitet wird. Im Rahmen dieses Untersuchungsprogrammes können für einen Probeansatz jeweils nur 3 Einzelproben hergestellt werden (Abschnitt 4.2.3), weshalb auf eine Bestimmung des Ersatzkompaktionsmoduls verzichtet wurde (auf diesbezügliche Daten aus anderen Untersuchungen wird in Abschnitt 5.4.1 verwiesen). Allerdings liefert die Untersuchung des Relaxationsverhaltens einen Hinweis auf die Wirkung zeitabhängiger Verformungsprozesse.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 35 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	


Kriechen / Relaxation

Mit dem Begriff Kriechen wird bei Werkstoffen die zeit- und temperaturabhängige, plastische Verformung unter konstanter Last bezeichnet, wobei zwischen deviatorischem und Volumen- bzw. Kompaktionskriechen zu unterscheiden ist. Während deviatorisches Kriechen, wie es z.B. für Steinsalz typisch ist, als irreversible plastische Verformung volumenkonstant abläuft, kommt es bei porösen Baustoffen infolge der wirkenden äußeren Einspannung, zusätzlich zur (teilweise reversiblen) Matrixkompaktion und zu einer Reduzierung der Porosität aufgrund von Gefügeänderungen (z.B. durch Zukriechen von Porenräumen, Umverteilung von potentiell vorhandener Lösung). Im Realfall bedeutet dies, dass das Bauwerk sich bspw. beim Aufkriechen des Gebirges der Spannung entziehen kann. Je nach hydraulischem Gradienten und abhängig von der Durchlässigkeit kann sich der Baustoff entweder verdichten (mit Erhöhung des hydraulischen Widerstandes) oder aber infolge einer Aufweitung von Fließwegen die Durchlässigkeit erhöhen (d.h. der hydraulische Widerstand wird geringer).

Einen Sonderfall des Kriechens stellen Relaxationsprozesse mit sich ändernden Spannungen dar. Unter Relaxation ist der allgemein zu beobachtende, zeitabhängige Spannungsabbau zu verstehen (aufgrund Baustoff inhärenter Verformungsprozesse), wie er im Laborversuch z.B. bei Gesteinsproben während eines Druckversuchs in Phasen konstanter Dehnung auftritt. Als Folge dieser Prozesse wird die in einem Verschlussbauwerk unter äußerer Belastung (oder infolge der sich beim Abbindeprozess entwickelnden Kristallisationsdrücke) erreichte Spannung im Laufe der Zeit durch Strukturänderungen innerhalb des Baustoffes abgebaut. Daraus folgt, dass die sich einstellende Deviatorspannung des Baustoffes abhängig von der Belastungsrate ist.

Zur Beschreibung dieses Effektes wird hier der sogenannte Tragwiderstand bestimmt, der der Deviatorspannung des Baustoffes als extrapoliertes Spannungswert abhängig von der wirkenden Belastungsrate entspricht. Die Bestimmung erfolgt im Laborversuch über ein spezielles Verfahren, das am IfG Leipzig ursprünglich zur Bewertung des verformungsratenabhängigen Tragwiderstandes von Pfeilern im Salzbergbau entwickelt wurde.

Als Vorbemerkung hinsichtlich der Relevanz der Untersuchungsergebnisse ist zu berücksichtigen, dass die hier durchgeführten Relaxationstests ausschließlich dem Vergleich zeitabhängiger Verformungseigenschaften im „Kurzzeitversuch“ dienen. Mit den ermittelten Relaxationskurven ist jedoch keine ausreichende Quantifizierung des Kriechverhaltens des Baustoffes in einem Verschlussbauwerk möglich, wie sie innerhalb von Nachweisführungen benötigt wird. Auch deshalb, weil die gewählte Belastung von ca. 80% des Bruchzustandes nicht den In-situ-Bedingungen entspricht. Als bevorzugender, alternativer Ansatz ist deshalb die Durchführung einer Serie von Kriechversuchen mit hydrostatischen und deviatorischen Belastungen erforderlich, auf deren Basis zur Beschreibung des Kriechens geeignete Stoffparameter für den relevanten Spannungsraum (für hydrostatische Belastungen bis ca. 20 MPa zur Beschreibung des Kompaktionskriechens sowie für kleine Spannungsdeviatoren) bestimmt werden können. Derartige Messungen können im Nachgang an dieses Untersuchungsprogramm gezielt ergänzt werden.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 36 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

3.5.3 Hydraulisches Verhalten

Die Eignung von Baustoffen mit Dichtfunktion hängt neben der Größe des durchströmbaren (bzw. aufsättigbaren) Porenraumes, d.h. der Porosität (Abschnitt 3.5.4), vor allem von der Permeabilität ab. Sie ist das entscheidende Maß für die hydraulische Integrität dieser Baustoffe.

Die Beschreibung der Permeabilität basiert allgemein auf der Darcy-Gleichung für inkompressible Medien (wie z.B. für Lösungen) (Gleichung 1).

$$Q = K \cdot A / l \cdot \Delta P / \eta \quad \text{bzw.} \quad K = (Q \cdot \eta \cdot l) / (A \cdot \Delta P) \quad (\text{Gleichung 1})$$


mit:

K	Permeabilität [m ²]
A	Querschnittsfläche [m ²]
l	Länge der Probe [m]
η	dynamische Viskosität [Pas]
Q	Volumenstrom [m ³ /s]
ΔP	Druckdifferenz [N/m ²]

Danach wird der Volumenstrom eines Fluids durch eine Probe bei einer gegebenen Druckdifferenz in Abhängigkeit von der Viskosität des strömenden Mediums, dem Geometriefaktor der Probe und der Permeabilität (mit der Dimension einer Fläche) gemessen.

Die Permeabilität wird als SI-Einheit in m² (bzw. traditionell in D (Darcy), 1 D entspricht ~10⁻¹² m²) angegeben. Voraussetzung für die Gültigkeit des Darcy-Ansatzes sind laminare Einphasenströmung (Gas oder Lösung), stationäre Strömungsverhältnisse und keine Wechselwirkungen zwischen dem Messfluid und dem porösen Material. Zur Vermeidung physiko-chemischer Wechselwirkungen (z.B. Löseprozesse) zwischen dem Messfluid und der Probe können als Strömungsmedium Gase oder unpolare Flüssigkeiten verwendet werden, wobei die Viskosität von Gasen gegenüber Flüssigkeiten bis zu 1.000 x niedriger ist, woraus sich Vorteile für die Untersuchung sehr gering permeabler Materialien ergeben (z.B. geringerer Zeitaufwand zur Aufsättigung bzw. bis zum Erreichen stationärer Randbedingungen).

Allerdings liegen in natürlichen Gesteinen oder Baustoffen zumindest in Gefügewickeln häufig wässrige Lösungen vor, die z.B. je nach Massenanteil unter wechselnder Verdrängung von Gas bzw. Lösung im Porenraum den wirkenden Strömungsprozess beeinflussen können. Die wechselseitige Beeinflussung unterschiedlicher Phasen (Gas / Lösung) im Porenraum wird als „Zwei-phasenfluss“ beschrieben. Eine qualifizierte Analyse dieser Prozesse erfordert eine sehr aufwändige Versuchstechnik, mit der z.B. der Lösungsanteil und seine Verteilung im Porenraum (Sättigung) sowie die Relevanz unterschiedlicher Kapillareffekte, wenn überhaupt, bestimmt werden kann. Allerdings ergibt sich für den A1-Baustoff, dass beim Abbinden bei vollständiger Reaktion des Bindemittels die Anmischflüssigkeit komplett verbraucht wird und der Porenraum frei von Lösung ist. In der Konsequenz führen Permeabilitätsmessungen mit Gas zur repräsentativen Quantifizierung des hydraulischen Probenverhaltens.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 37 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Neben diesen methodischen Rahmenbedingungen ergibt sich die Auswahl des geeigneten Permeabilitätsmessansatzes vor allem über die komplexe Aufgabenstellung mit zwei unterschiedlichen Schwerpunkten, weshalb verschiedene Messverfahren eingesetzt werden:

- (1) Charakterisierung des Baustoffzustandes im Untersuchungsfeld 1 im Zuge des Abbindens innerhalb verschiedener Temperatur-Zeit-Fenster (Abschnitt 3.6.1). Wegen der zu erwartenden hohen Dichtheit des A1-Baustoffes ($<10^{-18} \text{ m}^2$) und unter der rezepturbedingten Rahmenbedingung, dass im vollständig abgebundenen A1-Baustoff keine signifikanten Lösungsmengen im Gefüge vorliegen, erfolgt die initiale Charakterisierung der Materialdurchlässigkeit über die Bestimmung der Gas-Permeabilität mittels N_2 . Dabei lassen sich im Kurzzeit-Laborversuch mehrere Permeabilitätsmesszyklen bei unterschiedlicher Druckeinspannung zwischen $\sigma_1 = \sigma_3 = 1 \text{ MPa}$ bis 10 MPa realisieren.
- (2) Simulation des Lösungszutritts im Untersuchungsfeld 2 mit Aufsättigung der Proben während und nach Abbinden in unterschiedlichen TZF (Abschnitt 3.6.2), mit nachfolgender Charakterisierung über Bestimmung der Lösungspemeabilität: Die Druckbeaufschlagung mit MgCl_2 -haltiger Lösung dient primär der Aufsättigung und zur Auslösung von möglichen Stoffreaktionen (Abschnitt 3.1), wobei die injizierten Lösungsmengen gleichzeitig zur Charakterisierung der sich verändernden Baustoffeigenschaften (hydraulische Integrität) benutzt werden.

Bestimmung der Gaspermeabilität

Grundlage ist die Darcy-Gleichung für laminare Gasströmungen, wobei für einen definierten Druckgradienten zwischen Ein- und Auslass der Probe (primär- bzw. sekundärseitiger Druck) der stationäre Volumenstrom Q gemessen wird.

Die Berechnung der Gaspermeabilität K erfolgt gemäß (Gleichung 2).

$$K = (2 \cdot p_0 \cdot Q_0 \cdot \eta \cdot l) / (A \cdot (p_1^2 - p_2^2)) \quad \text{(Gleichung 2)}$$

mit K Gaspermeabilität [m^2]

p_0 Druck bei Messung des Volumenstromes [N/m^2]

Q_0 Volumenstrom unter Normaldruck [m^3/s]


η dynamische Viskosität [Pas]

l Länge der Probe [m]

A Querschnittsfläche [m^2]

p_1 Druck primärseitig [N/m^2]

p_2 Druck sekundärseitig [N/m^2]

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 38 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Die Messungen werden mit dem zuvor beschriebenen Prüfverfahren mittels einer Triaxialzelle durchgeführt, in der die Probe triaxial eingespannt ist. An den Stirnseiten der zylindrischen Probe befinden sich Sinterplatten, die über Druckleitungen angeschlossen sind. Damit ist gleichzeitig gewährleistet, dass die Probe axial gleichmäßig mit N₂ angeströmt und die durchtretende Gasmenge erfasst wird. Abhängig von der Gaspermeabilität der untersuchten Probe kann der Injektionsdruck bis auf ca. 80% von σ_{\min} (hier gegeben durch den Manteldruck σ_3) erhöht werden. Die Messung des stationären Gasvolumenstromes für Stickstoff erfolgt mittels Massedurchflussreglern der Fa. Bronkhorst, die sowohl die Gasbeaufschlagung mit einem definierten Volumenstrom (primärseitig) als auch eine sehr präzise Messung der Volumenströme (sekundär- / primärseitig) erlauben. Für die Gasinjektionstests werden zwei Regler der Bronkhorst[®]-Baureihe EL-FLOW F-230 mit einem Durchflussmessbereich⁶ von (0)... 10...500 Nml/min N₂ bzw. (0)... 0,4...20 Nml/min N₂ eingesetzt, die je nach Vordruck (bis max. 400 bar) und Proben- dimensionen einen Permeabilitätsmessbereich K zwischen $\leq 10^{-14}$ m² und $\geq 10^{-21}$ m² abdecken. Die Auflösung des Messverfahrens hängt von der kleinsten messbaren Durchflussrate (0,1 ml/min) ab, womit sich abhängig vom Vordruck eine untere Messgrenze angeben lässt.

Alternativ wären instationäre Messungen möglich, wobei der Druckabfall aus einem definierten Druckreservoir und das Einströmen in die poröse Probe ausgewertet wird, womit auch die zugängliche Gasporosität, zumindest näherungsweise abgeschätzt werden könnte. Vorliegende Erfahrungen, die u.a. im Forschungsvorhaben „MgO-SEAL“ (FKZ 02E11435) gewonnen wurden, zeigen allerdings, dass wegen der geringen Gas-Eindringtiefe eine Vielzahl wiederholter Injektions-tests zur Gewinnung repräsentativer Messdaten notwendig sind, was unter Umständen Versuchszeiten von mehreren Wochen erfordert. Deshalb wurde hier bevorzugt die oben beschriebene stationäre Methode eingesetzt. Unter Vorgabe von Injektionsdrücken bis ca. 80 bar wird formal eine Messauflösung für die Bestimmung von Gaspermeabilitätswerten $\geq 10^{-21}$ m² erreicht.


Bestimmung der Lösungspemeabilität

Ausgehend von der oben stehenden Darcy-Gleichung (Gleichung 2) wird bei den hier durchzuführenden Untersuchungen im Langzeitversuch die Permeabilität unter stationären Fließbedingungen als Lösungspemeabilität mit einer Magnesiumchloridlösung (entspricht hier der Anmischlösung des A1-Baustoffes, $\eta \approx 5$ mPas) bestimmt. Die speziell für die Untersuchungen konstruierten Probe- und Messzellen (Abschnitt 3.6.3) ermöglichen eine Aufsättigung bis zum Lösungsdurchtritt, ohne dass die in den Zellen abgebundenen Proben umgelagert werden müssen.

Die mit Einfüllen des A1-Baustoffes erstellten zylindrischen Probekörper werden durch keine weiteren technischen Maßnahmen abgedichtet. Der unmittelbare Baustoffkontakt zur Wandung soll eine ausreichende Dichtheit gewährleisten. Das bedeutet,

- a) eine radiale Einspannung kann nur aus einer während des Abbindens im TZF (Abschnitt 3.6) entstehenden, inhärenten Expansionsdruckentwicklung der Probe selbst resultieren. Da dieser Druck relativ gering sein wird, kann es mit beginnender Lösungsdruckbeaufschlagung infolge Verletzung des Minimalspannungskriteriums ($\sigma_{\text{rad}} < p_{\text{fl}}$) zu einer

⁶ Die gemessenen Gasvolumenströme beziehen sich standardmäßig auf Normvolumen (z.B. mL) bei Atmosphärendruck pro Zeiteinheit (z.B. min): Nml/min.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 39 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

messbaren Umläufigkeit kommen. Mit zunehmendem Injektionsvolumen wird sich die Probe mutmaßlich selbstabdichten, einerseits wegen möglicher Kristallisationsreaktionen (Abschnitt 3.1) oder andererseits wegen einer hydraulischen Gefügeverdichtung;

- b) eine Kontraktion der Probe (z.B. infolge von Schwinden wie bei zementbasierten Baustoffen) würde zu einem sehr deutlichen Lösungsdurchtritt (große Umläufigkeit) bereits bei vernachlässigbarem Lösungsdruck (nur Flüssigkeitssäule) führen.

Folglich ist zu erwarten, dass sich die initial vorliegende Baustoffpermeabilität während des Versuchs verändert. Die Lösungsdruckbeaufschlagung sollte daher schrittweise langsam erfolgen, weshalb zwei unterschiedliche Injektionsaufbauten genutzt wurden (Abb. 1):

- a) Druckluft beaufschlagte Büretten, bei denen der Flüssigkeitsmeniskus abgelesen wird: p_i bis ca. 6 bar; Messauflösung: 0,1 mL
- b) hydraulische Druckübersetzer, bei denen der Stempelvorschub mit einer digitalen Schublehre erfasst wird: p_i bis ca. 60 bar; Auflösung: 0,006 mL

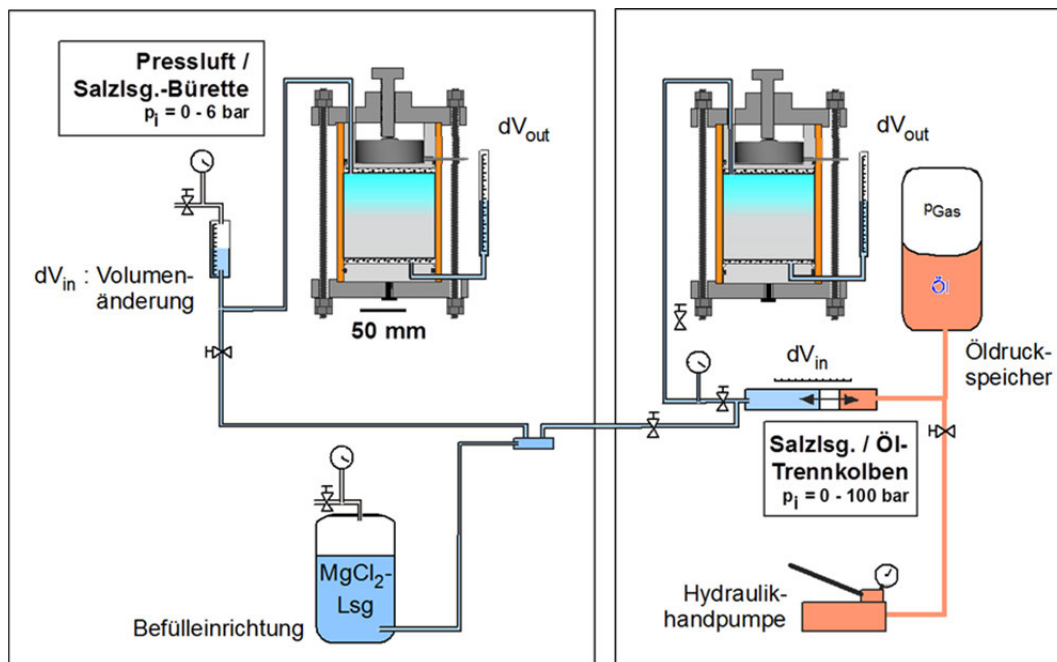



Abb. 1: Versuchsanordnung Lösungsdruckbeaufschlagung

Wegen der geringen Lösungspermeabilität der A1-Baustoffproben (und einer Probekörpergröße von ca. 100 mm Länge) sind lange Zeiträume (mehrere Monate bis Jahre) zur vollständigen Lösungsaufsättigung bzw. bis zur Beobachtung eines stationären Lösungsdurchtrittes erforderlich (Abb. 5). Um auch anhand kürzerer Versuchszeiten (ohne Lösungsdurchtritt) Aussagen zur Lösungspermeabilität machen zu können, wird die sogenannte „scheinbare“ Lösungspermeabilität bestimmt, indem angenommen wird, dass die gemessenen Injektionsraten einem stationären Zustand für die vollständige Durchströmung der Probenlänge entsprechen. Wegen der Abhängigkeit der Permeabilität von der Probenlänge (l steht im Zähler) ist dieser Ansatz eher

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 40 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

konservativ, wobei im Realfall die Injektionsraten, u.a. wegen des verringerten Druck- / Weg-Gradienten, degressiv sind. Wird ein stationärer Lösungsdurchtritt messbar, kann dieser Ansatz überprüft werden, was im Fall einer Probe (Abschnitt 5.2.1) möglich war. Im Ergebnis wird deutlich, dass die nur über den Lösungszutritt abgeschätzten „scheinbaren“ Permeabilitäten mit den Ergebnissen aus Inflow = Outflow-Messungen praktisch übereinstimmten. Somit können die hier angegebenen „scheinbaren“ Lösungsporeneigenschaften für die Bewertung der hydraulischen Probeneigenschaften als ausreichend zuverlässig angesehen werden.

3.5.4 Porositätsbestimmung


Zur Bestimmung der Porosität wird üblicherweise die Quecksilberdruckporosimetrie eingesetzt. Mit diesem Messverfahren wird die offene Porosität bestimmt, indem nach Evakuieren der Proben (bei 50 mbar) Quecksilber in Abhängigkeit vom angelegten Druck in die Poren der Probe eindringt. Auf diese Weise kann ein breiter Bereich von Porengrößen erfasst werden. Die Messung beginnt im Vakuum (= obere Messgrenze: Erfassung von Porengrößen im 100 µm-Bereich) und endet im 100 MPa-Druckbereich (= untere Messgrenze: Erfassung von Porengrößen im µm-Bereich). In Abhängigkeit vom Druck und des jeweils eingedrungenen Quecksilbervolumens können Porenradien und Porengrößenverteilung neben dem gesamten offenen Porenvolumen analysiert werden.

Die Gesamtporosität (Absolutporosität), d.h. offener und geschlossener Porenraum, kann über pyknometrische Verfahren bestimmt werden, indem das Gesamtprobevolumen inkl. aller Porenräume (auch als Rohvolumen bezeichnet) und das Probevolumen, welches frei von Poren ist (Reinvolumen), ermittelt werden. Die Differenz stellt den Gesamtporenraum dar. Zur Bestimmung des Reinvolumens muss die Probe fein pulverisiert und das Partikelvolumen bestimmt werden, was z.B. mittels Heliumpyknometer erfolgen kann.

Darüber hinaus existieren noch visualisierende Methoden (Lichtmikroskopie, Elektronenmikroskopie, Röntgencomputertomographie), um den Porenraum zu analysieren. Dabei kann aber immer nur der unter entsprechender Auflösung sichtbar gemachte Probenbereich erfasst werden.

Für Untersuchungen zum hydraulischen Verhalten des A1-Baustoffes sind Informationen zum offenen Porensystem, über welche ein Lösungstransport erfolgen kann, maßgebend. Aus diesem Grund werden an den A1-Proben systematisch Messungen mittels Quecksilberdruckporosimetrie zur Bestimmung der offenen Porosität durchgeführt (Messgerät „Pascal 440“ der Fa. POROTEC GmbH). Die Proben werden ohne weitere Vorbehandlung (Trocknung bei erhöhter Temperatur) vermessen.

Eine exemplarische Bestimmung des Gesamtporenraums (offener und geschlossener Porenraum) erfolgt mittels Heliumpyknometrie.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 41 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

3.5.5 Gefügebild-Visualisierung

Die qualitative Untersuchung und Visualisierung der Porenraumstruktur beim Abbindeprozess erfolgt mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) sowie ergänzend durch Röntgencomputertomographie (CT).

Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Um den Gefügestand im A1-Baustoff während und nach dem Abbinden sowie nach sekundärem Lösungszutritt zu charakterisieren wird die Rasterelektronenmikroskopie (REM) eingesetzt. Eine optische Auflösung ist bis in den μm / nm -Bereich möglich. Für die Messungen wird ein Rasterelektronenmikroskop der Fa. Tescan (TS 5130SB) verwendet. Die Proben werden durch Bedampfung mit Gold leitfähig gemacht und mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV vermessen.

Röntgencomputertomographie (CT)


Die Röntgencomputertomographie ist ein bildgebendes Verfahren, um die innere Struktur des Baustoffes zwei- und dreidimensional sichtbar zu machen (Visualisierung des Gefügeverbundes und des darin befindlichen Porenraumes). Die Unterscheidung und Auflösung der gefügebildenden Bestandteile ist aufgrund deren substanzspezifisch unterschiedlicher Schwächung der Röntgenstrahlung (dichteabhängig) möglich und von der Probengröße abhängig.

Das Messverfahren ist sehr aufwendig und teuer, weshalb es nur exemplarisch für die Untersuchung einzelner A1-Baustoffproben eingesetzt werden kann.

Die CT-Aufnahmen wurden mit einem Tomographen vom Typ CT-ALPHA der Fa. ProCon X-Ray GmbH Garbsen mit einer Röntgentransmissionsröhre 160 KV (Fa. Feinfocus Garbsen) und einem Detektor des Typs Hamamatsu C7942SK-05 (Hamamatsu Photonics K. K.) an Proben der Größe 5 mm x 5 mm x 5 mm durchgeführt. Die Voxelgröße (Auflösung) betrug während der Messung ca. 4,5 μm . Nach Rekonstruktion der Daten wurden noch ca. 8,5 μm erreicht.

3.5.6 Petrophysikalische Eigenschaften

Die petrophysikalische Probencharakterisierung umfasst die Bestimmung der Baustoffkörperdichte und die Messung der Ultraschall-Laufzeiten der P- und S-Wellen nach der Durchschallungsmethode. Die Ergebnisse dienen zur Bewertung der Homogenität einzelner Baustoffprobekörper aus einem Rezepturansatz und deren Vergleich hinsichtlich stofflicher Veränderungen nach Lösungskontakt.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 42 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Dichtebestimmung

Die Dichte ergibt sich als Quotient der beiden skalaren Messgrößen Masse m und Volumen V . Wegen der Heterogenität natürlicher oder technogener Materialien ist die Definition mehrerer, auf unterschiedliche Bestandteile bzw. Raumbereiche bezogene Dichten erforderlich (u.a. Dichte der mittleren Festsubstanz (= mittlere Korndichte), der unterschiedlichen festen Mineralkomponenten (Salzkorn, Bindemittel), Dichte des Porenfluids – falls enthalten (Luft oder Salzlösung)). Hier umfasst die Dichte die sogenannte „Raum-“ oder „Rohdichte“, die als Quotient der vorher genannten Messgrößen bestimmt wird. Wegen der Heterogenität (in Bezug auf die Korngrößenverteilung) des feinkörnigen Zuschlagstoffes (Steinsalz) und der Komplexität der entstehenden Bindemittelphasen lässt sich über die Dichte keine direkte Information über die Porosität bzw. das Porenfluid (falls vorhanden) ableiten.

Im Rahmen des Untersuchungsprogrammes werden für alle Proben aus Untersuchungsfeld 1 und 2, welche entsprechend der in Abschnitt 4.2.3 beschriebenen Vorgehensweise gewonnen werden (plane Zylinderproben), die Rohdichten bestimmt.


Während bei ungleichförmigen Prüfkörpern (z.B. Bruchstücken) zur Bestimmung eine Tauchwägung erforderlich ist, reicht wegen der hohen Präparationsgenauigkeit die einfache Vermessung aus. Die Höhe sowie der Durchmesser der Prüfkörper werden mit einer digitalen Schublehre auf $\pm 0,02$ mm gemessen. Die Masse der Prüfkörper wird mit einem Fehler von $\pm 0,2$ g bestimmt. Davon ausgehend wird die Dichte ρ der zylindrischen Prüfkörper berechnet. Die daraus resultierende Dichte ρ weist einen Fehler von ca. $0,002$ g/cm³ auf.

Ultraschallgeschwindigkeiten

Die Untersuchung der Homogenität von Materialproben mittels Bestimmung der Ultraschallgeschwindigkeiten ist ein häufiger Ansatz in der Materialforschung. Er basiert auf der Bestimmung der Wellenlaufzeiten für P- und S-Wellen, die empfindlich auf Änderungen im Mineralbestand bzw. der Größe und des Zustandes des (luft- bzw. lösungserfüllten) Porenraums reagieren.

Am IfG Leipzig wird für die Laufzeitmessung der Ultraschallgeschwindigkeit das Gerät USN 58L (GE Measurement & Control) in Verbindung mit den paarweise eingesetzten Krautkrämer P-Wellengebern und -empfängern B 0,5 y (Senkrechtprüfköpfe: Frequenz 0,5 MHz) eingesetzt. Die Ankopplung der Prüfkörper erfolgt für die Scherwellengeber mit einer dünnen Schicht Bienenhonig, der nach der Messung entfernt wird.

Aus dem Quotient von Länge des Laufzeitweges und der gemessenen Laufzeit ergibt sich die Geschwindigkeit. Die Laufzeitanzeige erfolgt mit einer scheinbaren Genauigkeit von $0,01$ μ s. Wegen der Ankopplungsschwierigkeiten an die Prüfkörper beträgt die Genauigkeit der Laufzeitmessung ca. $0,1$ μ s und damit die Genauigkeit der Geschwindigkeit ca. 10 m/s. Unter Berücksichtigung der zuvor bestimmten Dichte werden weiterhin die „dynamisch bestimmten“ elastischen Konstanten berechnet (GEBRANDE 1982). Unabhängig davon lassen sich über die Variabilität von Ultraschallgeschwindigkeiten vs. Dichte unterschiedliche Variationsfelder, was unterschiedliche Stoffeigenschaften widerspiegelt, für die Proben vor und nach Lösungskontakt abgrenzen.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 43 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

3.6 ABLEITUNG DES UNTERSUCHUNGSPROGRAMMES IN ANLEHNUNG AN IN-SITU-DATEN UND ANFORDERUNGEN AN DIE PROBENHERSTELLUNG

Bei der Errichtung großvolumiger Bauwerke aus Magnesiabaustoff in Ortbetonbauweise wurden Temperaturentwicklungen bis in die Größenordnung von 100°C registriert. Dabei wurden die höchsten Temperaturen in Bauwerksmitte (im 100°C-Bereich) und um etwa 30°C bis 40°C geringere Temperaturen im Kontaktbereich zum umliegenden Gebirge (Kontur) gemessen, wie z.B.:


- ca. 100°C in Bauwerksmitte und ca. 57°C im Konturbereich im Blindschacht 4 der Schachtanlage Asse II (ERCOSPLAN / IFG LEIPZIG 2009);
- eine Temperaturspitze von ca. 160°C in Bauwerksmitte und ca. 80°C im Konturbereich beim Bau der Pilot-Strömungsbarriere PSB A1 (HEYDORN ET AL. 2015);
- ca. 100°C in Bauwerksmitte und ca. 57°C bis 70°C im Kontaktbereich zum Gebirge beim Abdichtbauwerk aus DBM 2 im Großversuch Bleicherode (MAUKE 2015);
- ca. 100°C bis 115°C in Bauwerksmitte und ca. 70°C bis 80°C im Konturbereich beim Großversuch 2 im Rahmen des FuE-Vorhabens CARLA in Teutschenthal (GTS 2010).

Je nach Bauwerksdimension wird die Umgebungstemperatur nach wenigen Monaten bis mehreren Jahren wieder erreicht.

Da die Bindemittelphasenbildung und folglich die resultierenden Baustoffeigenschaften von der Abbinde­temperatur beeinflusst werden können (s. Tab. 1), sind zur Untersuchung der Baustoffeigenschaften nach dem Abbinden nur Proben geeignet, die unter entsprechender Temperaturentwicklung, d.h. in einem entsprechenden Temperatur-Zeit-Fenster (TZF) abge­bun­den haben. Das können Proben aus den Versuchsbauwerken selbst oder Laborproben sein. Da Laborprobekörper nicht die hohen Abbinde­temperaturen entwickeln können, wie das bei Großbauwerken der Fall ist, sind zur Gewinnung einer repräsentativen Datenlage für Laborpräparate entsprechende TZF nachzubilden.

Bei der Herstellung von Laborproben ist dabei auf die Einhaltung der Baustoffrezeptur innerhalb der bei Großbauwerken verarbeiteten oder verarbeitbaren Bandbreite der ausgewiesenen Rezeptur zu achten. Das Abbinden muss zudem im geschlossenen System erfolgen, d.h. ohne Austrocknung der Proben beim TZF-Durchlauf. Dies entspricht im Wesentlichen dem Sachverhalt beim Abbinden von Großbauwerken, da der Baustoff vom angrenzenden Gebirge umschlossen ist und nur über den Luftkontakt an den Stirnseiten oberflächennah austrocknen kann.

Mit der Einspannung eines Großbauwerkes vom umgebenden Gebirge ist auch für Laborproben ein eingespannter Zustand beim Abbinden, wie auch für Untersuchungen eines späteren Lösungszutritts, nachzubilden. Der Zeitpunkt eines möglichen Lösungszutritts zum Bauwerk ist für den Realfall nicht prognostizierbar, weshalb Untersuchungen zu den Konsequenzen eines Lösungszutritts auch zeitabhängig nach der Baustoffherstellung (in Abhängigkeit vom Alterungszustand) durchzuführen sind.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 44 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

3.6.1 Abbindetemperatur-Zeit-Fenster (TZF) – Untersuchungsfeld 1

In Anlehnung an o.g. In-situ-Daten wurden zur Nachstellung des Abbindens unter entsprechender Temperaturentwicklung drei Temperatur-Zeit-Fenster mit Temperaturspitzen von jeweils 60°C (TZF 60), 90°C (TZF 90) und 120°C (TZF 120) mit einem anschließenden asymptotischen Temperaturabfall über einen längeren Zeitraum auf Umgebungstemperatur (für das Laborprogramm auf 30°C festgelegt) erstellt (Abb. 2). Mit dem TZF 60 wird die Umgebungstemperatur von ca. 30°C nach etwa einem Jahr, mit dem TZF 90 nach 2 Jahren und mit dem TZF 120 nach 3 Jahren erreicht.

Auf diese Weise werden im Labor repräsentative Baustoffproben zur Untersuchung der Materialeigenschaften während bzw. nach dem Abbinden im Untersuchungsfeld 1 gewonnen.

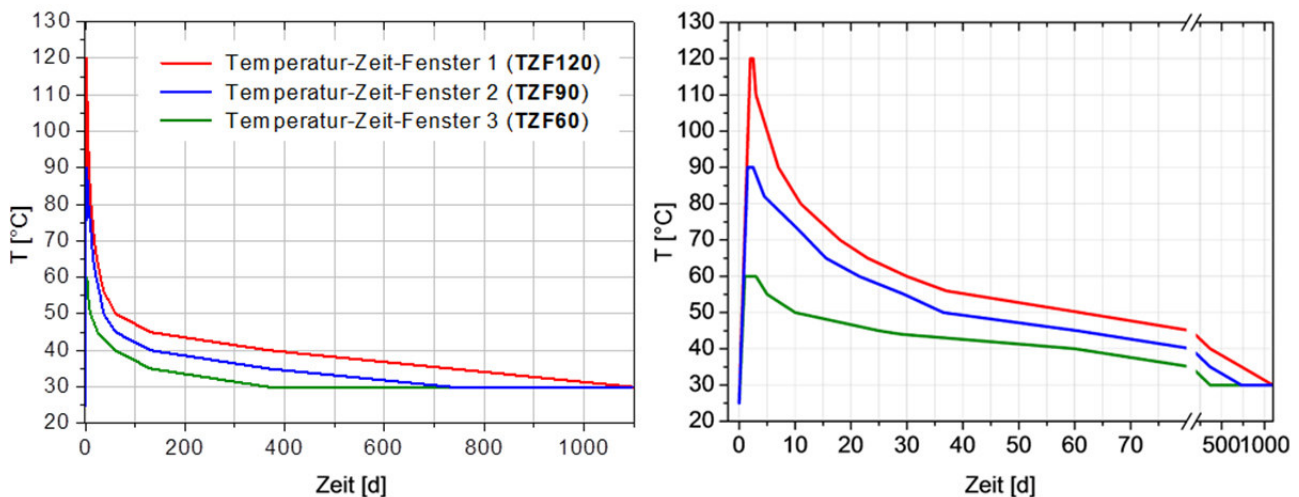



Abb. 2: Temperatur-Zeit-Fenster, abgeleitet aus In-situ-Daten, innerhalb welcher das Abbinden von Laborproben zum Erhalt repräsentativer Prüfkörper erfolgt (links: TZF-Gesamtversuchsdauer, rechts: Ausschnitt für die ersten 70 Tage)

3.6.2 Sekundärer Lösungszutritt – Untersuchungsfeld 2

Zur Führung eines Integritätsnachweises für den Baustoff (Abschnitt 3.2) sind alle nach dem Abbinden bestimmten Baustoffeigenschaften (z.B. Phasenbestand, Gefügestand, mechanische Parameter: Festigkeit und Verformungsverhalten) auch im Untersuchungsfeld 2 für den Baustoff unter bzw. nach Einwirkung von $MgCl_2$ -haltiger Lösung (= sekundärer Lösungszutritt) zu bestimmen.

Voraussetzungen dafür sind, dass der In-situ-Zustand des abgebindenen Baustoffkörpers erhalten bleibt und die Proben kontinuierlich und möglichst vollständig mit Lösung aufgesättigt werden können. Da für das Szenario „Lösungszutritt“ kein definierter Zeitpunkt nach Verarbeitung des A1-Baustoffes benannt werden kann, werden die Baustoffproben während und nach Durchlauf der Abbinde-TZF mit $MgCl_2$ -haltiger Lösung druckbeaufschlagt (Abb. 6, Tab. 2).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 45 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

3.6.3 Probe- und Messzellenaufbau

Zur Bestimmung der Materialeigenschaften, die sich mit dem Abbinden des A1-Baustoffes im jeweiligen TZF entwickeln bzw. im Anschluss daran vorliegen, als auch für deren wiederholte Bestimmung nach sekundärem Lösungszutritt, werden an die Probenherstellung spezielle Anforderungen gestellt:

- Die abbindenden Probekörper dürfen beim TZF-Durchlauf nicht austrocknen und auch keine Luftfeuchtigkeit aus der Umgebung aufnehmen, da eine Veränderung der Lösungszusammensetzung bzw. der Porenlösung im Zeitraum des Abbindens die ursprüngliche Rezeptur verändert und dadurch die Eigenschaftsentwicklung beeinflussen kann. Die Proben müssen daher in gas- und druckdichten Probenzellen abbinden.
- Für die Messungen des Phasenbestandes (Abschnitt 3.5.1) und der Porosität (Abschnitt 3.5.4) sowie der Durchführung von REM- oder CT-Aufnahmen (Abschnitt 3.5.5) werden nur geringe Probemengen im g- bzw. cm³-Bereich benötigt.
- Für die Bestimmung von mechanischen Parametern sind dagegen Prüfkörper größerer Abmessung notwendig (Abschnitt 3.5.2), um integral für das Material repräsentative Eigenschaften zu ermitteln.
- Für die Untersuchung des Baustoffverhaltens nach sekundärem Lösungszutritt sind ebenso größere Probekörper notwendig (Abschnitt 3.5.2), da nach Versuchsabschluss in analoger Weise die mechanischen Parameter sowie der Phasenbestand, die Porosität etc. zu bestimmen sind.

Probenzellen zur Bestimmung von Phasenbestand, Gefügestand und Porosität

Als gasdichte Probenzellen wurden Stahlzellen mit Einsätzen aus PE-Hülsen zur Vermeidung von Korrosion des Stahls bei Kontakt mit Salzlösung hergestellt. Die Stahlzellen wurden mit Hilfe einer Verschraubungsvorrichtung durch Edelstahlplatten mit integrierten Teflonscheiben verschlossen. Abb. 3 zeigt die Zellbestandteile sowie die verschraubte Probezelle.


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 46 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		




Abb. 3: Gasdichte Probezelle (IfAC-Zelle) und deren Bestandteile (von links nach rechts: Verschraubungsvorrichtung mit Zellboden und Teflondichtungsscheibe; Deckel mit Teflondichtungsscheibe; komplett verschraubte Edelstahlprobezelle mit Edelstahlrohr und innerer PE-Hülse; \varnothing -innen = 30 mm, \varnothing -außen = 34 mm, h = 110 mm und einem Fassungsvermögen von 58 mL)

Probemesszellen zur Bestimmung mechanischer Parameter und zur Untersuchung des Baustoffverhaltens bei bzw. nach sekundärem Lösungszutritt

An die Entwicklung der Probemesszellen ist neben Gas- und Druckdichtheit sowie ausreichender Probekörpergröße die Anforderung gestellt, die Probekörper in axialer Richtung mit Salzlösung anzubzw. zu durchströmen (ohne Umlagerung der Proben mit Verlust der radialen Einspannung). Darüber hinaus stellte sich die Frage nach der Erfassung einer möglichen Druckentwicklung während des Abbindens bzw. nach der Lösungsdruckbeaufschlagung, sodass auch dieser Sachverhalt bei der Konstruktion der Messzellen einbezogen wurde.

Zur Realisierung der o.g. Anforderungen wird eine Probemesszelle benötigt, die die Gewinnung von Prüfkörpern mit einer Mindestgröße zur Durchführung repräsentativer Materialuntersuchungen (u.a. Festigkeit, Verformungsverhalten) zulässt. Hierfür werden nach den Erfahrungen des IfG Leipzig als Prüfkörper Zylinderproben mit den Mindestabmessungen h = 80 mm und \varnothing = 40 mm benötigt. Folglich wurde eine Versuchszelle hergestellt (Abb. 4), bei der es sich um eine stehende, zylindrische Stahlform, aus einem geschliffenen Stahlrohr (\varnothing -innen = 100 mm, $h_{\text{Zylinder}} = 175$ mm, $s_{\text{Wand}} = 8$ mm) handelt. Das Stahlrohr wird an den Enden durch zwei Druckstempel ($h_d = 35$ mm), mittels O-Ringen zu den Seiten abgedichtet, verschlossen.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 47 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

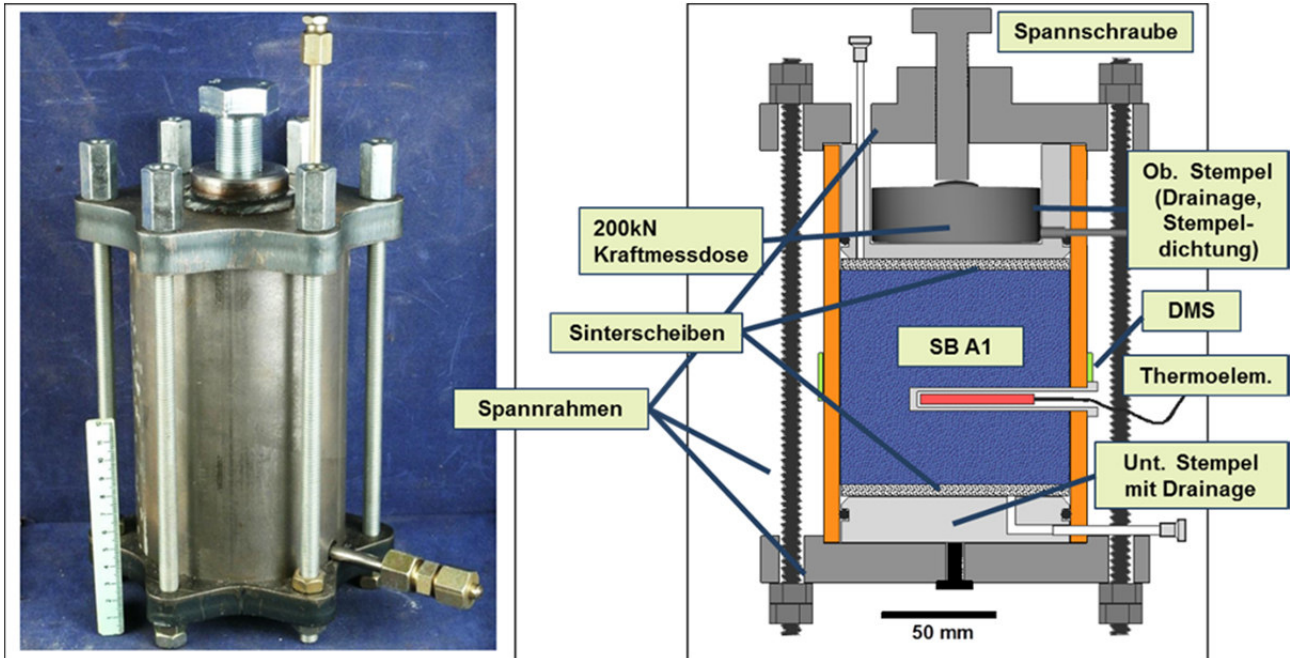



Abb. 4: Gasdichte Probemesszelle (IfG-Zelle) zur Gewinnung von 3 Prüfkörpern für die Bestimmung mechanischer und hydraulischer Eigenschaften, zur Lösungsdruckbeaufschlagung und zur Erfassung des Druckverhaltens

Durch zwei Filtereinlagen (Sinterbronze-Scheiben: $d_s = 98 \text{ mm}$ und $h_s = 5 \text{ mm}$, sowie zusätzlich Filterpapier) ist gewährleistet, dass die Probekörper nach dem Abbinden über entsprechende Zuleitungen in axialer Richtung kontrolliert angeströmt werden können. Daraus folgt eine zylindrische Probengeometrie ($\varnothing = 100 \text{ mm}$, Probenhöhe = ca. 95 mm , $V_{pr} = \text{ca. } 750 \text{ cm}^3$).

Der obere Stempel ist abnehmbar, wobei über eine Kraftmessdose (Burster Druckkraftsensor 8526-6200, Messbereich 200 kN) nach definierter Vorspannung über eine Spannschraube ein möglicher entstehender Expansionsdruck in axialer Richtung gemessen werden kann. Durch die Systemsteifigkeit der Zelle (vernachlässigbare elastische Eigendehnung in axialer und radialer Richtung) ist gewährleistet, dass das Probenmaterial annähernd volumenkonstant eingespannt ist.

Für die kontinuierliche Bestimmung des Druckverhaltens während des Abbindens der A1-Proben innerhalb der TZF wurden die Zellen mit einer DMS-Applikation (Bestückung durch Fa. IFF Engineering & Consulting GmbH Leipzig) versehen. Mit dieser wird der radiale Expansionsdruck aus der radialen Stahlverformung der Druckzellen ermittelt. Zur Kalibrierung wurden die Zellen in einer Universalprüfmaschine (SHM 250) bis $\sigma_{Ax} \leq 10,0 \text{ MPa}$ abgedrückt und die Widerstandscharakteristik der DMS als hydraulischer Innendruck aufgezeichnet.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 48 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

3.6.4 Probenansatz- und Beprobungsregime

Zur Verfolgung der Phasenbestandsentwicklung, der Gefügeentwicklung und der Entwicklung der mechanischen Eigenschaften des Baustoffes während des Abbindens im entsprechenden TZF (Untersuchungsfeld 1) sind kontinuierliche Beprobungen innerhalb des TZF-Durchlaufs notwendig. Im Zeitraum großer Temperaturänderungen (zu Beginn des TZF) müssen Probenahmen häufiger als im Zeitraum geringer Änderungen stattfinden.

Der Start des Abbindes im jeweiligen TZF und damit die Probenherstellung müssen zeitversetzt erfolgen, um zu gewährleisten, dass zum Entnahmezeitpunkt der Probe aus dem TZF die entsprechenden Messungen auch realisiert werden können. So sind z.B. für die quantitative Bestimmung des Phasenbestands einer A1-Probe 8 Stunden Messzeit (davon 1 h Probenpräparationszeit) notwendig (Abschnitt 3.5.1). Für die Bestimmung der mechanischen Parameter (Abschnitt 3.5.2) werden mehrere Tage benötigt, wodurch sich auch die mögliche Bestimmungshäufigkeit im Vergleich zur Phasenbestandsanalyse verringert.

Für die Untersuchung der Baustoffeigenschaften nach sekundärem Lösungszutritt (Untersuchungsfeld 2) werden die speziell für den Lösungszutritt entwickelten Probemesszellen zu definierten Zeitpunkten den TZF entnommen, an Lösung angeschlossen und stufenweise druckbeaufschlagt. Im Rahmen der Versuchsführung wird die injizierte Lösungsmenge gemessen, woraus Aussagen zur Lösungspermeabilität abgeleitet werden (Abschnitt 3.5.3).

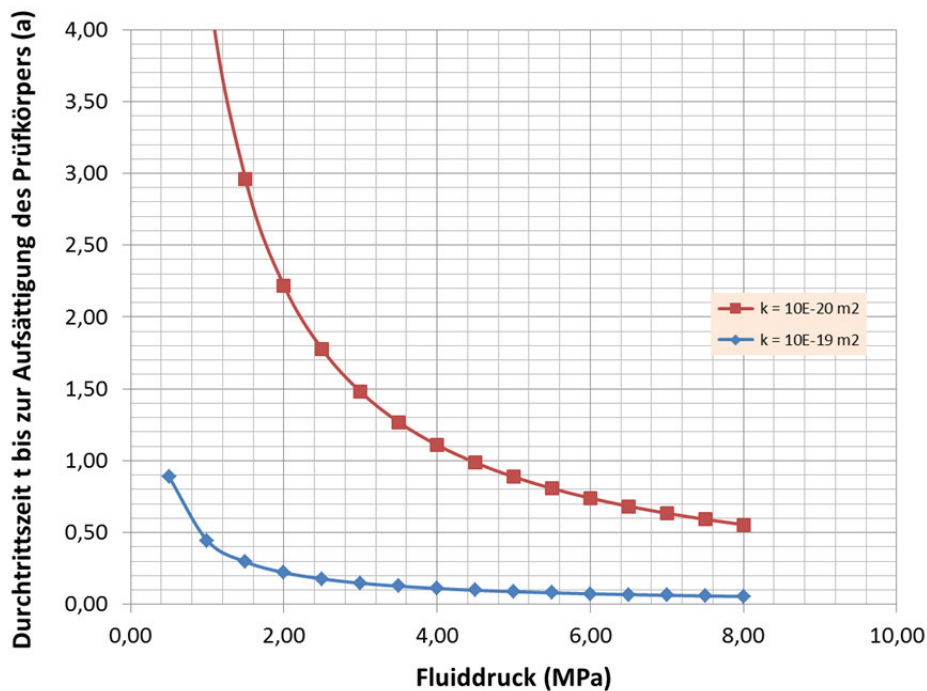



Abb. 5: Abschätzung der Durchtrittszeit für die Aufsättigung des Probekörpers ($\varnothing = 100 \text{ mm}$, Probenhöhe = ca. 95 mm, mittlere Porosität = 5%) in Abhängigkeit vom Injektionsdruck und der Baustoffpermeabilität

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 49 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Im Hinblick auf das Erreichen einer möglichst vollständigen Lösungsaufsättigung besteht die Problematik, dass wegen der hohen Dichte des Baustoffes und der daraus resultierenden niedrigen Lösungspermeabilität druckabhängig relativ lange Zeiträume für eine Aufsättigung benötigt werden. Mit der für die anschließenden Untersuchungen (Untersuchungsfeld 2) erforderlichen Prüfkörpergröße mit einer Höhe von mindestens 80 mm bzw. 100 mm Durchmesser ergeben sich, wie in Abb. 5 dargestellt, bei einer realistischen Permeabilität von 10^{-20} m^2 bei einem relativ hohen Injektionsdruck ($p_i = 6 \text{ MPa}$) Versuchszeiten von mindestens einem $\frac{3}{4}$ Jahr.

Das Beprobungsregime der A1-Baustoffproben während des Abbindens in den drei TZF mit zeitlichem Versatz ist in Abb. 6 schematisiert.

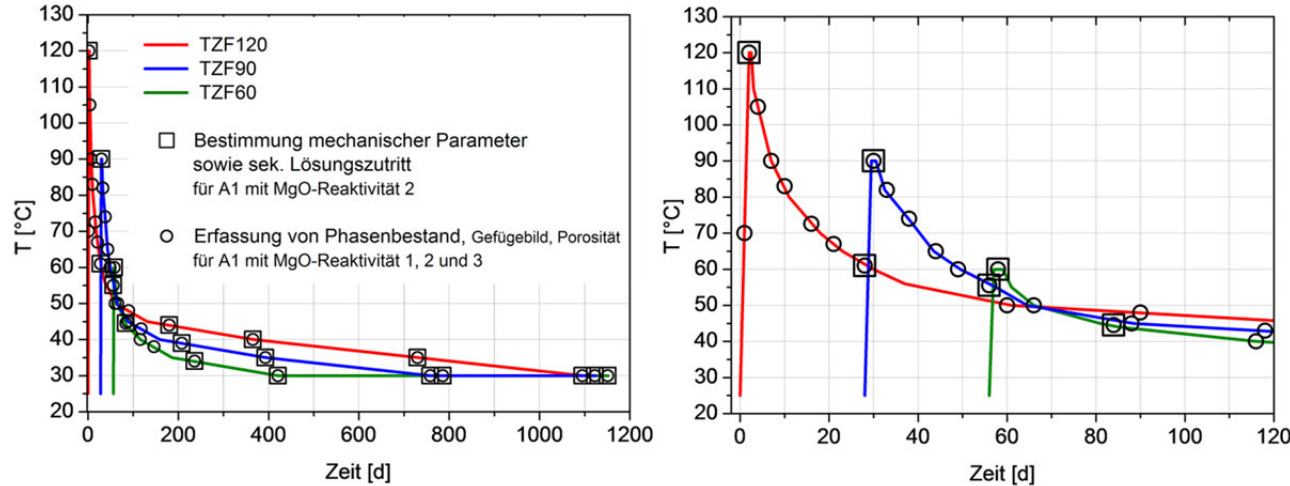




Abb. 6: Beprobungsplan bei zeitlichem Versatz der TZF für das Abbinden von A1-Laborproben (links: gesamter TZF-Beprobungsplan, rechts: Ausschnitt für die ersten 120 Tage)

Tab. 2 zeigt den Beprobungsplan mit zugehöriger Probenbezeichnung für das Untersuchungsprogramm.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 50 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Tab. 2: Beprobungsplan je TZF mit Probenbezeichnung für das Untersuchungsprogramm
 (* Bestimmung von Phasenbestand und mechanischen Parametern;
 ** Bestimmung mechanischer Parameter)

Probalter nach dem Anmischen	Bestimmung der Baustoffeigenschaften während bzw. nach Abbinden			Bestimmung der Baustoffeigenschaften während bzw. nach sekundärem Lösungszutritt
	- Untersuchungsfeld 1 -			- Untersuchungsfeld 2 -
	TZF 120	TZF 90	TZF 60	Entnahme aus TZF zur Lösungsdruckbeaufschlagung mit anschließender Baustoffcharakterisierung entsprechend Untersuchungsfeld 1
Probenbezeichnung				
1	TZF 120-1d			
2	TZF 120-2d*	TZF 90-2d*	TZF 60-2d*	TZF 120-2d-LZ, TZF 90-2d-LZ, TZF 60-2d-LZ
4	TZF 120-4d	TZF 90-4d		
7	TZF 120-7d			
10	TZF 120-10d	TZF 90-10d	TZF 60-10d	
16	TZF 120-16d	TZF 90-16d		
21	TZF 120-21d	TZF 90-21d		
28	TZF 120-28d*	TZF 90-28d*	TZF 60-28d*	TZF 120-28d-LZ, TZF 90-28d-LZ, TZF 60-28d-LZ
58			TZF 60-58d	
64/65	TZF 120-64d	TZF 90-65d		
84		TZF 90-84d		
91	TZF 120-91d		TZF 60-91d	
182	TZF 120-182d*	TZF 90-182d*	TZF 60-182d**	TZF 120-182d-LZ, TZF 90-182d-LZ, TZF 60-182d-LZ
196			TZF 60-196d	
365	TZF 120-365d*	TZF 90-365d*	TZF 60-365d*	TZF 120-365d-LZ, TZF 90-365d-LZ, TZF 60-365d-LZ
730	TZF 120-730d*	TZF 90-730d*	TZF 60-730d*	TZF 120-730d-LZ, TZF 90-730d-LZ, TZF 60-730d-LZ
1095	TZF 120-1095d*	TZF 90-1095d*	TZF 60-1095d*	TZF 120-1095d-LZ, TZF 90-1095d-LZ, TZF 60-1095d-LZ
1460	TZF 120-1460d	TZF 90-1460d	TZF 60-1460d	

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 51 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

4 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

4.1 VORBEREITENDE ARBEITEN

In Vorbereitung auf die Probenherstellung fand im Hinblick auf die Beziehbarkeit der Rezepturkomponenten, deren Charakteristik sowie der Verarbeitung der A1-Rezeptur am 04.10.2011 ein Fachgespräch in Remlingen und am 17.01.2012 eine Befahrung der Baustoffanlagen auf der Schachtanlage Asse II statt. Von der Asse-GmbH wurde zum Fachgespräch über die Annahmekriterien bei den Ausgangsstoffen (Bindemittel: MgO vom Typ F4/200 vom Lieferanten Lehmann&Voss&Co.; Anmischlösung: MgCl₂-Lsg. nahe der Lösungszusammensetzung R der Fa. Deusa; Zuschlagstoff: NaCl mit Größtkorn 4 mm als Liefersalz der Fa. ESCO) sowie über das bestehende Qualitätssicherungsprogramm bei der Herstellung von Sorelbeton A1 informiert.

Das MgO wird mit dem Steinsalzzuschlag zum sogenannten Vorprodukt vermischt. Das kann sowohl übertägig als auch untertägig erfolgen. Die Trockenmischung wird untertage mit der Anmischlösung in Mischanlagen zur A1-Baustoff suspension verarbeitet und verpumpt. Aufgrund der Genauigkeit der Mischanlage kann die A1-Baustoffrezeptur mit einer Bandbreite von 3% verarbeitet werden.

Für die Herstellung repräsentativer A1-Probekörper im Labor des IfAC wurden von der Asse-GmbH die Ausgangsstoffe in Form des Vorproduktes (Trockenmischung aus dem Bindemittel MgO und dem Steinsalzzuschlag) und die Anmischlösung in ausreichender Menge geliefert. Zur Charakterisierung des MgO (Basismaterial) wurden ebenso Stichproben mitgeliefert.


Um die Baustoffeigenschaften auch an A1-Bauwerkskörpern untersuchen zu können, die auf der Schachtanlage der Asse II hergestellt worden sind und die bislang keinem Lösungskontakt ausgesetzt waren, wurde von der Asse-GmbH geprüft, aus welchem Bauwerk kurzfristig repräsentative A1-Probekörper gewonnen werden können. Im Ergebnis wurden A1-Probekörper (nachfolgend als Alt-A1-Probekörper bezeichnet) aus einem verfüllten Vorratsbunker (WLS-775-2, 750-m-Sohle, Betonage April 2007) gewonnen und am 25.06.2012 an das IfG Leipzig geliefert.

4.1.1 Charakterisierung der A1-Rezepturkomponenten

Die A1-Rezeptur besteht aus dem Bindemittel Magnesiumoxid (MgO), einer konzentrierten Magnesiumchloridlösung (MgCl₂-Lösung) als Anmischlösung und dem Zuschlagstoff Steinsalz. Die Rezepturanteile sind in Tab. 3 angegeben.

Tab. 3: Rezepturbestandteile des A1-Baustoffes (DBE TEC 2008)

A1-Rezepturkomponenten		Anteil in Ma.-%
Bindemittel	MgO	11,3
Zuschlagstoff	Steinsalzgrus	63,7
Anmischlösung	MgCl ₂ - Lösung	25,0

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 52 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Magnesiumoxid

Das Bindemittel MgO (kaustische Magnesia) wird von der Asse-GmbH von der Fa. Lehmann&Voss&Co. mit der Spezifikation F4/200 bezogen. Nach Eingang auf der Schachanlage Asse II wird die Reaktivität mittels Zitronensäuretest am MgO (Basisprodukt) wie auch nach der Mischung mit dem Steinsalz zur Herstellung des Vorproduktes für pH 7 und pH 8,6 bestimmt. Die Ergebnisse für das Basisprodukt (MgO) sind als Häufigkeitsverteilung in Abb. 7 und für das Vorprodukt (MgO + NaCl) in Abb. 8 dargestellt.

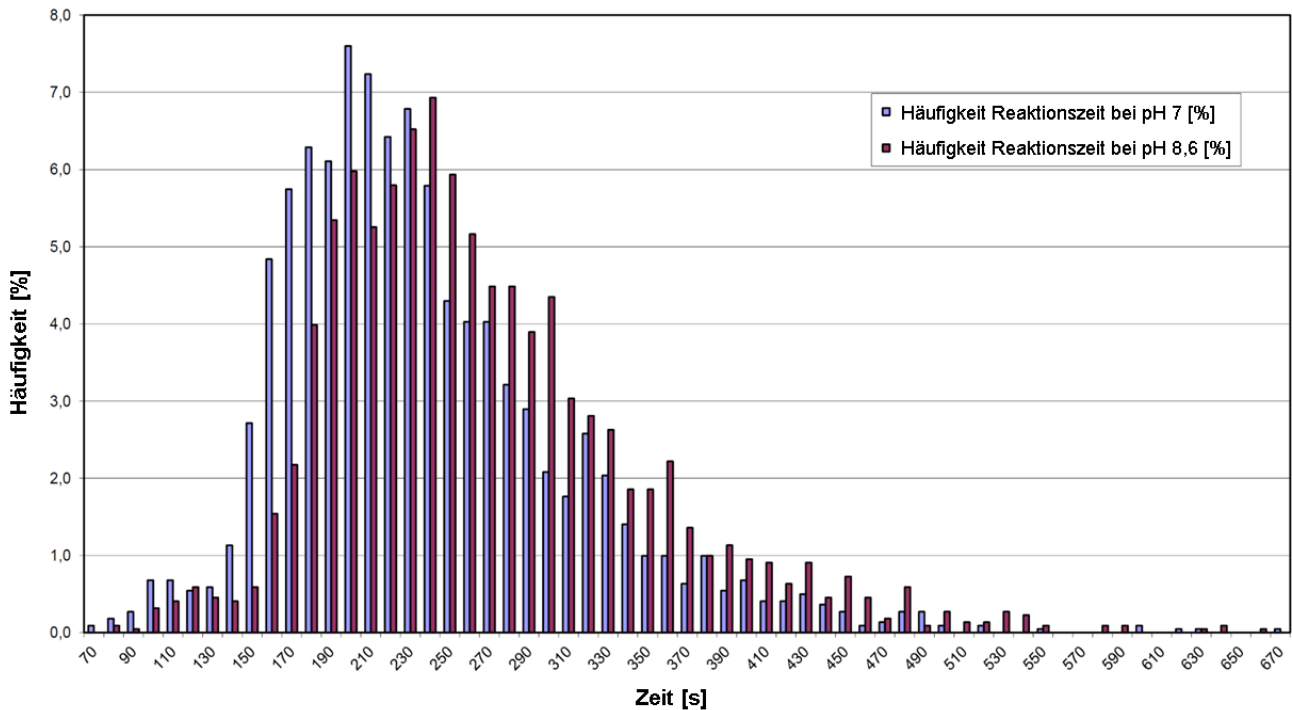



Abb. 7: Zitronensäuretestwerte für das Basisprodukt (MgO), Datenbasis mit 2211 Messwerten, zur Verfügung gestellt durch die Asse-GmbH (BfS 2011)

Entsprechend Abb. 7 wurde MgO (Basisprodukt) in einem Reaktivitätsbereich von 40 s bis 600 s, mit der größten Häufigkeit (>4%) im Bereich von 160 s bis 240 s (pH 7) zur Herstellung des A1-Sorelbaustoffes bezogen. Konkret wurden aus dem Lieferumfang im Jahr 2011 von der Asse-GmbH von 170 MgO-Proben die Kenngrößen in Tab. 4, darunter die MgO-Reaktivität ermittelt. Der höchste Wert wurde mit 75 s und der geringste mit 530 s bestimmt. Im Mittel aller Lieferungen lag der Zitronensäuretestwert bei 230 s (pH 7).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 53 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

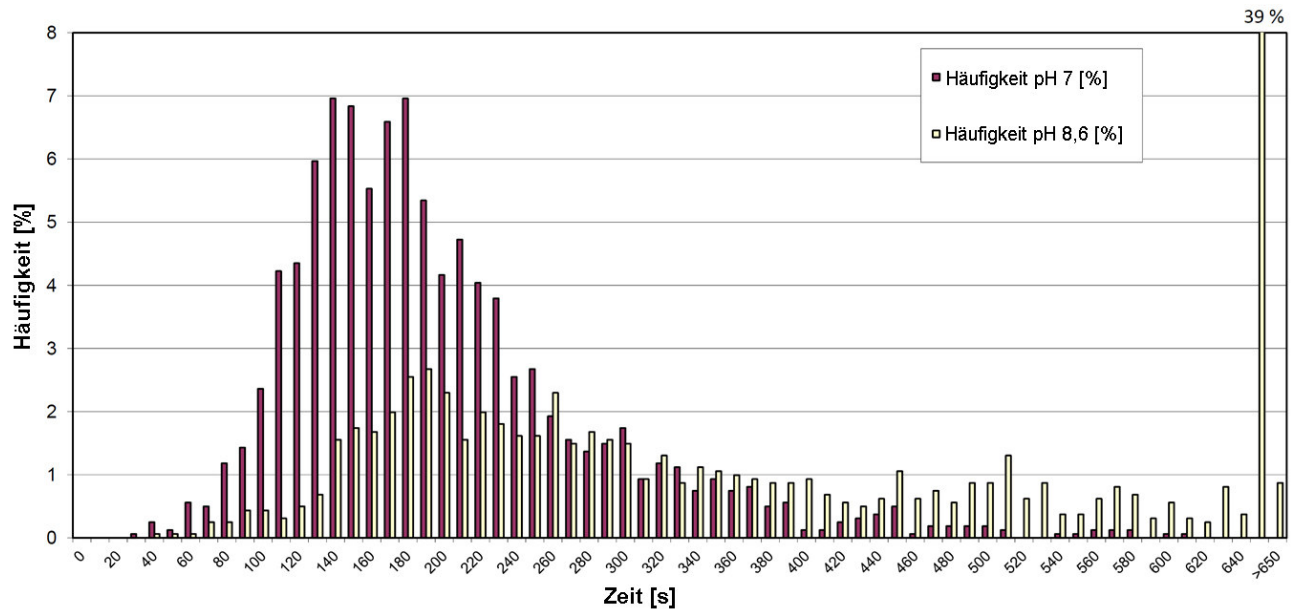



Abb. 8: Zitronensäuretestwerte für das Vorprodukt (MgO+NaCl), Datenbasis 1615 Messwerte, zur Verfügung gestellt durch die Asse-GmbH (BfS 2011)

Tab. 4: Kennwerte für das Basismaterial (MgO) an 170 Proben aus dem Lieferumfang 2011 von der Asse-GmbH ermittelt (BfS 2011)

Lageparameter	Wassergehalt [%]	Korndichte [g/cm ³]	Reaktivität [s]		Kornverteilung
			pH 7	pH 8,6	d ₉₅ < 75 µm
Minimalwert	0,073	3,385	75	90	62
Maximalwert	0,299	3,508	530	585	77
Mittelwert	0,162	3,467	235	267	68
Standardabweichung	0,037	0,019	60	66	3

Aufgrund der Reaktivitäts-Bandbreite wurde entschieden, für die Herstellung der A1-Laborproben jeweils MgO mit 3 unterschiedlichen Reaktivitäten einzusetzen, um eventuelle Auswirkungen auf die Eigenschaftsentwicklung des A1-Baustoffes feststellen zu können. Eine damit verbundene Verdreifachung der Probekörperherstellung mit anschließender Untersuchung war nur im Fall der Phasenbestandsanalyse und Porositätsbestimmung möglich. Für die Bestimmung der mechanischen Parameter sowie für das Untersuchungsprogramm nach Lösungsdruck-beaufschlagung konnte zur Realisierung nur eine repräsentative mittlere MgO-Reaktivität eingesetzt werden.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 54 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Von der Asse GmbH wurde das Vorprodukt in 36 x 10 L-Eimern (ca. 15 kg Vorprodukt pro Eimer) mit Angabe der Reaktivität an das IfAC geliefert. Davon enthielten 18 Eimer die Vorprodukt-Reaktivität 65 s bis 100 s (Lieferung am 12.01.2012, ca. 230 kg) und 18 Eimer die Vorprodukt-Reaktivitäten zwischen 140 s und 305 s (Lieferung am 06.03.2012, ca. 224 kg), davon 12 Eimer zwischen 220 s und 260 s (bei pH 7).


Die höher reaktive Liefercharge (65 s bis 100 s) wurde zur Herstellung von A1-Baustoffproben mit der höchsten MgO-Reaktivität (R1), aus der zweiten Liefercharge im Bereich 220 s bis 260 s für die Herstellung von Proben mit mittlerer MgO-Reaktivität (R2) eingesetzt. Für einen geringeren Reaktivitätsbereich (300 s) stand mit den Vorproduktlieferungen keine ausreichende Menge zur Verfügung, sodass vom Lieferanten der Fa. Lehmann&Voss&Co Magnesiumoxid mit einer Reaktivität von 300 s (R3) bestellt wurde. Für die Vorprodukttherstellung wurde das von der Asse-GmbH mitgelieferte Steinsalz der Fa. ESCO verwendet.

Der Zitronensäuretestwert (ZTW) wird erfahrungsgemäß im Rahmen von ± 20 s für eine entsprechende MgO-Reaktivitätscharge auch innerhalb unterschiedlicher Prüflabore reproduzierbar bestimmt. In diesem Rahmen wurden die von der Asse-GmbH angegebenen Werte für die Vorprodukt-Reaktivitäten wie auch für das von der Fa. Lehmann&Voss&Co gelieferte MgO durch das IfAC bestätigt.

Zur Herstellung der A1-Baustoffproben standen damit die folgenden drei MgO-Reaktivitäten zur Verfügung:

- Reaktivität 1 (R1): 80 s \pm 20 s,
- Reaktivität 2 (R2): 240 s \pm 20 s,
- Reaktivität 3 (R3): 300 s \pm 5 s.

Mit der Lieferung der Vorprodukt-Chargen wurden auch drei Proben (je 2 kg) MgO-Basisprodukt von der Asse-GmbH erhalten. Zusammen mit dem direkt von der Fa. Lehmann&Voss&Co bezogenen MgO (R3) wurde der Phasenbestand mittel Röntgenpulverdiffraktometrie überprüft. Die Diffraktogrammausschnitte zeigt Abb. 9.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 55 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

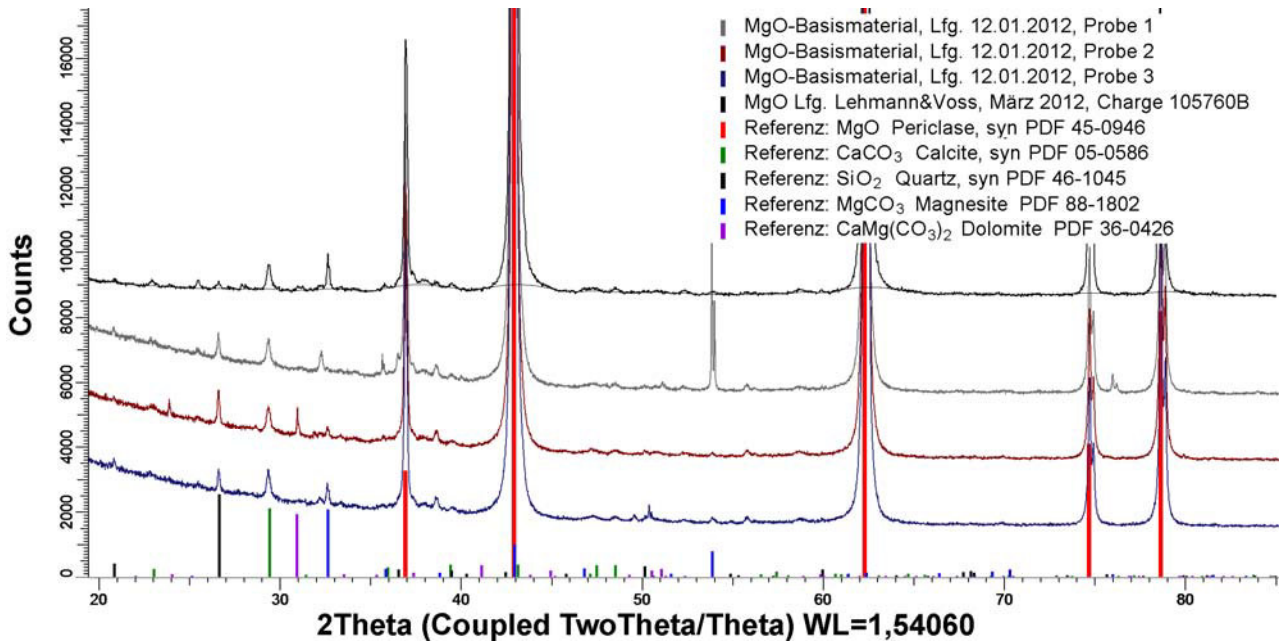


Abb. 9: Ausschnitt aus den Pulverdiffraktogrammen des MgO (Basismaterial) (Lieferung von der Asse-GmbH am 12.01.2012 sowie von der Fa. Lehmann&Voss&Co im März 2012)


Demnach enthalten alle vier Magnesiumoxid-Proben nur geringfügige Anteile an Quarz (SiO₂), Calcit (CaCO₃), Magnesit (MgCO₃) und Dolomit (CaMg(CO₃)₂), was die Sollwerte der Zusammensetzung für das MgO (Basismaterial) in Tab. 5 widerspiegelt.

Tab. 5: Sollwerte der chemisch-mineralogischen Zusammensetzung des Basismaterials MgO, zur Verfügung gestellt durch die Asse-GmbH (BfS 2011)

Chemische Zusammensetzung des MgO-Basisproduktes	Phasenanteil im MgO-Basisprodukt in Ma.-%
MgO	>93%
CaO	<2,7%
SiO ₂	<3,0%
Fe ₂ O ₃	<0,7%
Al ₂ O ₃	<0,3%

Anmischlösung

Bei der Anmischlösung handelt es sich entsprechend der Rezepturbeschreibung (DBE TEC 2008) um eine konzentrierte Magnesiumchloridlösung (nahe R-Lösung), welche geringe Anteile an Na, K, Ca und Sulfat aufweist (Tab. 6). Die mittlere Dichte liegt bei 1,32 g/cm³ im Bereich von 10°C bis 30°C (Anhang 1).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 56 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Zusammen mit dem Vorprodukt wurde am 12.01.2012 auch Anmischlösung in 5 x 20 L-Kanistern von der Asse-GmbH mit einem zugehörigen Datenblatt (Anhang 1) zu den enthaltenen Ionenkonzentrationen an das IfAC geliefert (Tab. 6). Die dokumentierte Lösungszusammensetzung liegt demnach im ausgewiesenen Bereich der A1-Rezeptur. Die Magnesium-, Chlorid- und Sulfationenkonzentrationen wurden durch Analysen im Labor des IfAC mit minimalen Abweichungen bestätigt (Tab. 7).


Tab. 6: Zusammensetzung der Anmischlösung

Komponenten	Konzentrationsbereich der Anmischlösung des A1-Baustoffes (DBE TEC 2008)	Zusammensetzung der Anmischlösung, Lieferung Asse-GmbH am 12.01.2012 (Datenblatt Asse-GmbH 20.12.2011, Anhang 1)
	in Ma.-%	
MgCl ₂	28,6 – 31,6	30,73
MgSO ₄	2,3 – 2,5	1,95
CaSO ₄	0,07 – 0,1	0,01
KCl	0,1 – 0,11	0,07
NaCl	0,3 – 0,36	0,22

Tab. 7: Zusammensetzung der Anmischlösung (Komponenten aus Tab. 6 in Ionenkonzentrationen angegeben)

Ionen	Konzentrationsbereich der Anmischlösung des A1-Baustoffes (DBE TEC 2008)	Zusammensetzung der Anmischlösung, Lieferung vom 12.01.2012 (Datenblatt Asse-GmbH, Analyse: 20.12.2011, Anhang 1)	Analysenwerte der am 12.01.2012 gelieferten Anmischlösung, IfAC-Labor, 27.01.2012 (Mittelwert aus 5 gelieferten Kanistern)
	mol/kg H ₂ O		
Mg ²⁺	4,655 - 5,398	5,058	5,092 ± 0,010
Cl ⁻	8,848 - 10,277	9,702	9,721 ± 0,015
SO ₄ ²⁻	0,286 - 0,329	0,243	0,256 ± 0,006
Na	0,075 - 0,094	0,057	n.b. ⁷
K	0,020 - 0,023	0,014	n.b. ⁷
Ca	0,008 - 0,011	0,001	n.b. ⁷

⁷ n.b.: nicht bestimmt

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 57 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Steinsalzzuschlag

Der Steinsalzzuschlag für den A1-Baustoff wird von der Asse-GmbH von der Firma ESCO European Salt Company GmbH & Co. KG bezogen. Im Prüflabor der ASSE-GmbH werden der Wassergehalt, die Korndichte und die Kornverteilungskurve bestimmt. Das Größtkorn liegt bei 4 mm. Tab. 8 zeigt die für 2011 an 101 Proben ermittelten Kennwerte. Die Bestimmung der Zusammensetzung erfolgte bis 2011 noch extern im Auftrag der Asse-GmbH.

Tab. 8: Kennwerte für den Steinsalzzuschlag aus 101 Lieferungen in 2011 (Liefersalz der Fa. ESCO) (BfS 2011)

Kennwerte für den Steinsalzzuschlag (Sollwerte)		
chemisch-mineralogische Zusammensetzung	NaCl (Halit)	>98 Ma. %
	CaSO ₄ (Anhydrit)	<1,6 Ma. %
	KCl · MgCl ₂ · 6 H ₂ O (Carnallit)	0 Ma. % bis 0,1 Ma. %
	Fe	<0,07 Ma. %
Wassergehalt		0,024 (± 0,012) Ma. %
Korndichte		2,172 (± 0,010) g/cm ³

Der von der Asse-GmbH am 12.01.2012 gelieferte Steinsalzzuschlag (10 kg) wurde röntgenographisch analysiert. Abb. 10 zeigt das zugehörige Pulverdiffraktogramm. Neben der Hauptkomponente NaCl konnte ein geringfügiger Anteil an Anhydrit (<1,6%) nachgewiesen werden. Das Ergebnis entspricht der Sollwert-Zusammensetzung in Tab. 8 wieder.

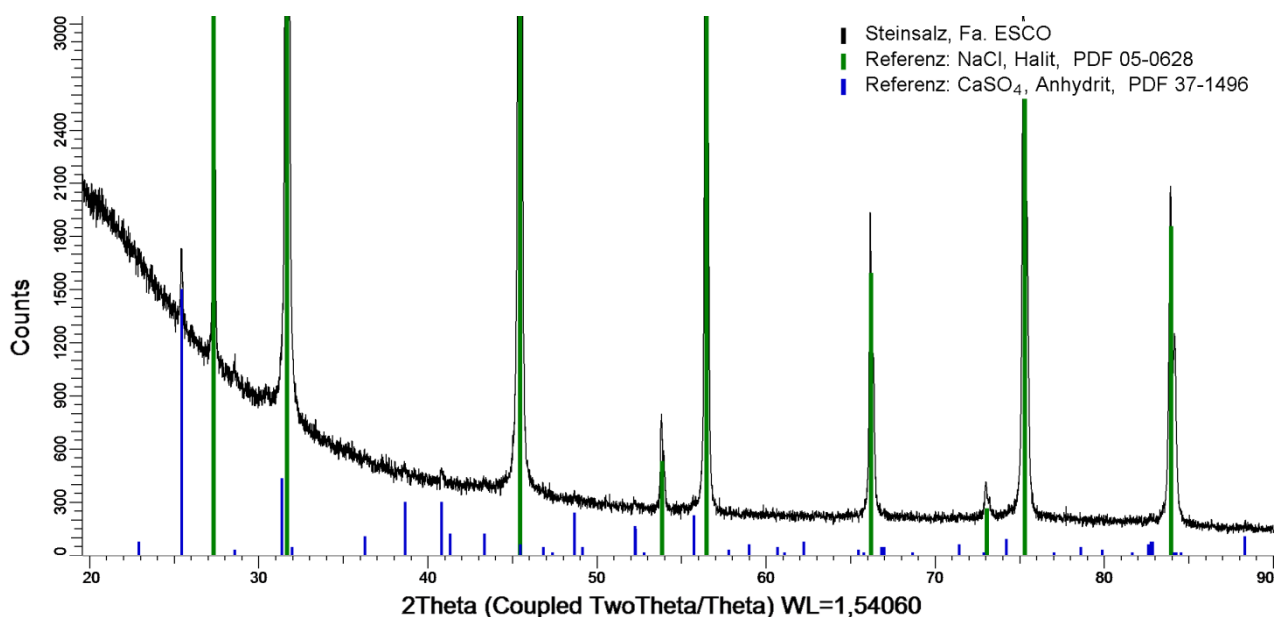



Abb. 10: Ausschnitt aus dem Pulverdiffraktogramm des Steinsalzes der Fa. ESCO (erhalten von der Asse-GmbH am 12.01.2012)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 58 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	


4.1.2 Vorversuch zur Probenherstellung

In einem Vorversuch am 07.02.2012 wurde das Anmischen der entsprechenden A1-Baustoffmenge für die anschließende Befüllung der Probe- und Messzellen (zugehöriges Protokoll in Anhang 2) und deren Überführung in die Temperierschränke zum Start des Untersuchungsprogrammes für einen Probenansatz eines TZF getestet. Demnach war es möglich alle Probenzellen für ein TZF mit 3-fach Ansätzen (3 unterschiedliche MgO-Reaktivitäten) der Probenzellen zur Phasenbestandsanalyse innerhalb von 6 Stunden zu befüllen und das Abbinden im TZF zu starten.

In Vorversuchen wurde die Funktionsfähigkeit der IfG-Probemesszellen, insbesondere die Wirkung der Filter zum flächigen Anströmen der A1-Probe überprüft (Abb. 11). Dabei zeigte sich, dass aufgrund der geringfügigen Absonderung von Überschusslösung teilweise eine randliche Umströmung der Filterplatten stattgefunden hatte, wobei aber deren Funktion aufgrund des Filterpapiers weitgehend erhalten blieb (Nachuntersuchungen ergaben, dass bis zu 10 mL bzw. 20 g Baustoff in die Sinterplatten als Baustoffverlust eingedrungen waren). Da nicht ausgeschlossen werden konnte, dass Überschusslösung auch in den Anschlussverbinder für die hydraulische Druckbeaufschlagung eingedrungen ist, wurde die Durchgängigkeit vor der späteren Lösungsdruckbeaufschlagung mittels Bohrer überprüft.



Abb. 11: Probenzustand nach Auspressen einer A1-Probe aus den IfG-Probemesszelle (s. Abb. 4; links: Zustand der Sinterscheiben und Kontakt zum Stempel; rechts: Filterpapier und Sinterscheiben)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 59 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

4.2 PROBEKÖRPERHERSTELLUNG

4.2.1 Anmischen des A1-Baustoffes

Nachdem alle Rezepturkomponenten geprüft vorlagen und die Probenherstellung getestet war, fand zeitversetzt das Anmischen der A1-Baustoffrezeptur mit Befüllung der Probe- und Messzellen für das Abbinden in den drei Temperatur-Zeit-Fenstern (TZF) statt.


Das Anmischen erfolgte mit einem Zwangsmischer (Eimermischer THB der Fa. BECKEL). Die Anmischlösung wurde im 20 L-Eimer vorgelegt und das Vorprodukt aus MgO und Steinsalz eingestreut. Nach erreichter Homogenisierung wurde die Baustoffsuspension noch weitere 3 min mit einer Drehzahl von ca. 60 U/min gemischt (Anhang 2). Mit einem Mischansatz konnten 15 kg A1-Baustoff hergestellt werden. Für 25 kg Baustoffsuspension, die beispielsweise für die Proben-satzherstellung für das TZF 90 mit der MgO-Reaktivität 2 benötigt wurde, waren in zwei Mischvorgängen 18,75 kg Vorprodukt (Menge aus einem Eimer + Anteile aus zweitem Eimer der Asse-Vorproduktlieferungen) mit 6,25 kg Anmischlösung umzusetzen. Eine Übersicht über alle Probenansätze zeigt Tab. 9.

Tab. 9: A1-Probeansätze

	TZF 120	TZF 90	TZF 60
Anmischtermin	23.03.2012	24.04.2012	21.05.2012
hergestellte A1-Baustoffmenge	75 kg	50 kg	51 kg
davon mit:	-	-	-
MgO-Reaktivität 1	15 kg	15 kg	15 kg
MgO-Reaktivität 2	50 kg	25 kg	25 kg
MgO-Reaktivität 3	10 kg	10 kg	11 kg
befüllte Probe- u. Messzellen:			
IfAC-Zellen (für Phasenbestand, Porosität, Gefügestand)	42 (je 14 pro Reaktivität)	36 (je 12 pro Reaktivität)	27 (je 9 pro Reaktivität)
IfG-Zellen	12	12	12
(nur Reaktivität 2)	(jeweils 6 Zellen für Bestimmung der mechanischen Parameter, 6 Zellen für zeitgleiche Entnahme aus TZF für sekundäre Lösungsdruckbeaufschlagung)		

Nach der Befüllung aller Probe- und Probemesszellen wurden diese zum Abbinden im TZF in den jeweiligen Temperierschrank eingesetzt (Abb. 12), welcher für den entsprechenden TZF-Verlauf programmiert war. Das TZF wurde am Nachmittag des jeweiligen Anmischtermins gestartet.

Alle Zellen waren für das weitere Versuchs- und Untersuchungsprogramm mit entsprechenden Probebezeichnungen gemäß Tab. 2 (Abschnitt 3.6.4) gekennzeichnet und bezüglich der verwendeten MgO-Reaktivität noch mit den Index R1, R2 oder R3 ergänzt (z.B. „TZF 90-28d“ erweitert auf „TZF 90-R1_28d“ „TZF 90-R2_28d“ „TZF 90-R3_28d“).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 60 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

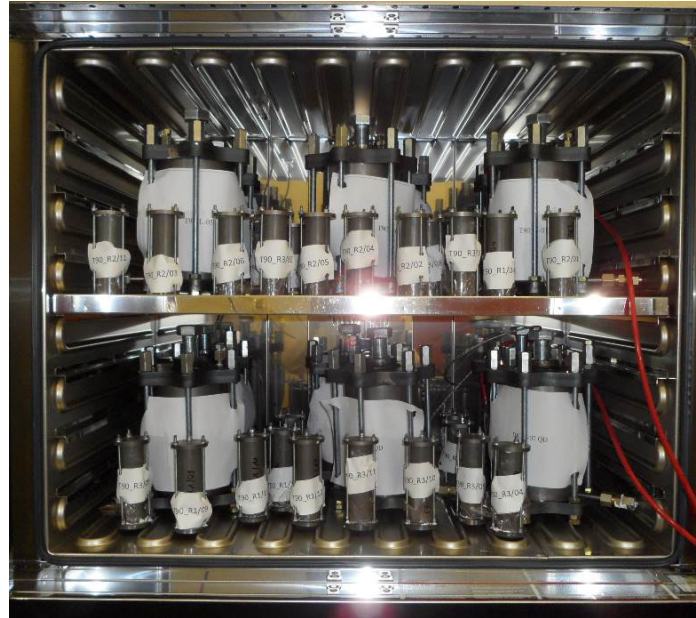



Abb. 12: Temperierschrank mit allen Probe- und Messzellen zum Startzeitpunkt des Abbindens in einem Temperatur-Zeit-Fenster

Die mit DMS-Messtreifen versehenen IfG-Zellen wurden an Datenlogger angeschlossen, um während des TZF-Durchlaufes die zeitliche Entwicklung des Expansionsdruckes in radialer Richtung verfolgen zu können. Dazu wurden die Daten vom IfAC an das IfG Leipzig übertragen und dort ausgewertet.

4.2.2 Frischbetonparameter

Mit dem ersten Anmischtermin (26.03.2012, TZF 120) wurden an der A1-Baustoffsuspension auch die Frischbetonparameter (Tab. 10) und die quasi-adiabatische Temperaturentwicklung für den Rezepturansatz mit der MgO-Reaktivität 2 bestimmt (Protokoll im Anhang 3).

Für die MgO-Reaktivität 1 und 3 erfolgten die Messungen der quasiadiabatischen Temperaturentwicklung zu den nachfolgenden Anmischterminen. Die registrierten Temperaturverläufe zeigt vergleichend Abb. 13.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 61 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

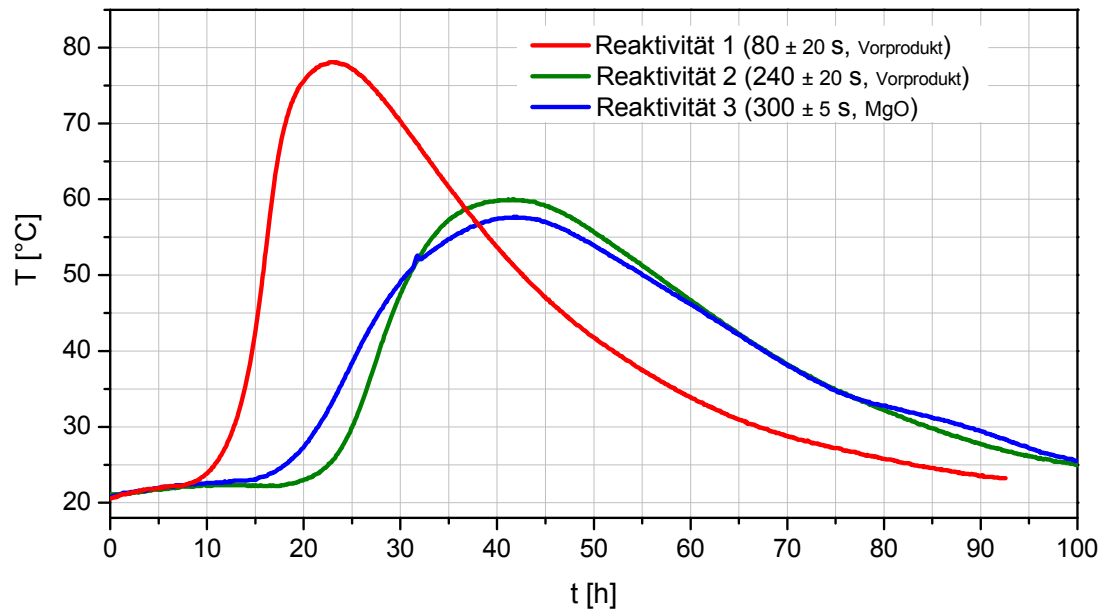



Abb. 13: Vergleich der quasiadiabatischen Temperaturentwicklung des A1-Baustoffes für die drei eingesetzten MgO- bzw. Vorprodukt-Reaktivitäten

Die Wärmefreisetzung erfolgt mit Verwendung der höchsten MgO-Reaktivität (R1: 80 s ± 20 s) erwartungsgemäß zu einem früheren Zeitpunkt und über einen kürzeren Zeitraum, sodass eine höhere Maximaltemperatur (78°C nach 23 h) im Vergleich zu geringer reaktivem MgO resultiert. Der Verlauf der Temperaturentwicklung für die mittlere und geringe MgO-Reaktivität (R2: 240 s ± 20 s und R3: 300 s ± 5 s) unterscheidet sich dagegen nur unwesentlich. Wenn der Unterschied zwischen Reaktivität 1 und 2 bei 160 s ± 20 s liegt, so liegt er zwischen Reaktivität 2 und 3 nur bei 60 s ± 20 s, was offensichtlich zu einer weniger unterscheidbaren Temperaturfreisetzung über die Zeit führt. Mit Reaktivität 2 wird eine Maximaltemperatur von 60°C nach 41 h und mit Reaktivität 3 von 57,7°C nach 42 h erreicht.

Tab. 10: Frischbetonparameter der A1-Baustoffsuspension, MgO-Reaktivität 2 (Anhang 2)

Untersuchungsergebnisse der Suspension	
Elektrische Leitfähigkeit	16,2 mS/cm
Temperatur	21,5°C
Dichte	1,88 g/cm ³
Fließrinnenmaß	550 mm
Luftporengehalt	2,7%

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 62 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

4.2.3 Beprobung, Probenmaterial, Prüfkörpervorbereitung und Lösungsdruckbeaufschlagung

Zu jedem geplanten Zeitpunkt der Bestimmung von Phasenbestand, Porosität und Gefügestand wurden drei IfAC-Probenzellen, jeweils mit MgO-Reaktivität 1, 2 und 3, dem Temperierschrank entnommen, die Probe aus der Zelle herauspräpariert und für die entsprechenden Untersuchungen zerkleinert bzw. pulverisiert.

Zu den geplanten Zeitpunkten der Bestimmung der mechanischen Parameter sowie des sekundären Lösungszutrittes (Abschnitt 3.6.2, Abb. 6, Tab. 2) wurden die entsprechenden zwei Probemesszellen in das geomechanische Labor des IfG Leipzig gebracht. Dort wurde die Probe aus der Zelle ausgepresst. Um die Messungen zur Bestimmung der mechanischen Parameter und gesteinsphysikalischen Kenngrößen gemäß dem Untersuchungsprogramm (Abschnitt 3.6) durchführen zu können, mussten aus der ausgepressten, zylindrischen Probe drei zylindrische Prüfkörper hergestellt werden.



a)



b)

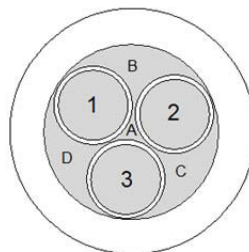



Abb. 14: Probenzustand und Weiterverarbeitung nach Auspressen aus IfG-Probemesszelle: a) ausgepresste Probe (Vorprobe); b) die in Zementbinder eingegossene Probe in der Drehbank zum Ausbohren der drei Prüfkörper. Das Inset zeigt die Orientierung der Probezylinder für die gesteinsphysikalischen Untersuchungen sowie im Fall der angeströmten Probe die an das IfAC weitergereichten, orientierten Reststücke A, B, C und D (u.a. mit Angabe der Strömungsrichtung) für die weitergehende Analyse

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 63 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Die Proben wurden nach Entfernen der Druckstempel aus den Stahlrohren ausgepresst. Zwecks besserer Handhabbarkeit wurde anschließend die Probe mittels schnell härtendem Beton in einem KG-Rohr eingebettet und daraus mittels Drehbank drei axial im 120°-Raster angeordnete Zylinderproben (d = 40 mm) mit unterschiedlichen Längen (je nach Bohrgewinn) unter Luftspülung herausgebohrt (Abb. 14).

Da die erbohrten Mantelflächen der Probekörper ausreichend glatt und frei von Unregelmäßigkeiten waren, wurden sie anschließend nur in einer Drehbank an den Endflächen geplant. Die Endflächen der Probekörper waren danach eben und rechtwinklig zur Prüfkörperachse, wobei die Maßhaltigkeit $\pm 0,02$ mm bis $\pm 0,05$ mm betrug.

Für die Proben in den Zellen zur Simulation eines sekundären Lösungszutrittes wurde mit der niedrigsten Druckstufe (3 bar) die Lösungszufuhr begonnen. Mit der Zeit und je nach Probeverhalten wurde stufenweise bis auf maximal 60 bar Lösungsdruck erhöht. Am Ende der Injektionsversuche erfolgte eine Druckentlastung, um über einen nachfolgenden Zeitraum den möglichen Verbleib eines Kristallisationsdruckes messen zu können. Nach Versuchsabschluss wurden die Proben aus der Zelle ausgepresst und an das IfAC zur orts aufgelösten Phasenanalyse übergeben. Nach dieser Voranalyse wurde die Probe an das IfG Leipzig zurückgeschickt, um aus dieser wiederum drei zylindrische Prüfkörper zu gewinnen und die mechanischen Parameter zu bestimmen. Alle Probereststücke wurden orientiert, bzgl. der Anströmrichtung gekennzeichnet und zur quantitativen Bestimmung des Phasenbestandes und der Porosität wieder an das IfAC übergeben.

4.2.4 Prüfredime für petrophysikalische und geomechanische Charakterisierung


Ausgehend von dem durch die Versuchstechnik (z.B. Größe der Temperierschränke bzw. der Probenzellen) begrenztem Probenmaterial (Abschnitt 4.2.3) wurde das Untersuchungsprogramm für eine möglichst effektive Bestimmung relevanter Parameter zur geomechanischen Probencharakterisierung konzipiert. Dabei wurden für jede Probenserie der drei TZF (drei vor und drei nach Lösungszutritt) folgende Untersuchungen durchgeführt:

- Bestimmung des Setzungsverhaltens unter isostatischer Beanspruchung (schnell / langsam);
- Bestimmung der triaxialen Druckfestigkeit mit Ableitung der MOHR-COULOMB-Parameter;
- Untersuchung des Relaxationsverhaltens,

sowie

- zusätzlich die Gas-Permeabilität.

Da je TZF-Probe nur 3 Zylinderproben in den Abmessungen d = 40 mm und l = 80 mm zur Verfügung standen, wurde jeder Probestest als Mehrstufenversuch ausgelegt, wobei folgende Versuchsschritte durchgeführt wurden:

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 64 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Probe 1 - Kompaktions- / und Festigkeitsversuch:

- (1) Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen (3-stufig-ansteigende, zyklische Belastung mit $\sigma_1 = \sigma_3$: 5,0 MPa ... 10,0 MPa ... 15,0 MPa, mit schneller Rate: $\dot{p} = 0,1$ MPa/s);
- (2) Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik bei $\sigma_3 = 2,0$ MPa, 4,0 MPa, 6,0 MPa und 10,0 MPa;

Probe 2 - Kompaktions- / Festigkeits- / und Relaxations-Versuch:

- (1) Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen (analog zu Probe 1, aber mit langsamer Rate: $\dot{p} = 0,005$ MPa/s);
- (2) Triaxialer Festigkeitsversuch bei $\sigma_3 = 2$ MPa bis ca. 80% der Bruchfestigkeit von Probe 1;
- (3) Relaxationstest (mindestens 24 h);
- (4) Fortsetzung des Festigkeitsversuchs bis in den Nachbruchbereich;

Probe 3 - Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa) mit Injektionsdrücken p_i bis max. 80 bar.


5 ERGEBNISSE

5.1 TEMPERATURBEDINGTES ABBINDEVERHALTEN DER A1-REZEPTUR

5.1.1 Phasenbestands- und Druckentwicklung

Die Bildung der Bindemittelphasen (x-y-z Phasen) aus Magnesiumoxid und der Anmischlösung (MgCl₂-Lösung) setzt als exotherme Reaktion nach Vermischung der Rezepturkomponenten ein. Die erste Messung zur Erfassung des Phasenbestandes im TZF 60 erfolgte nach 2 Tagen mit Erreichen der Maximaltemperatur von 60°C und zeigt das Vorliegen der 5-1-8 Phase neben anteilig noch unverbrauchtem MgO. Innerhalb der folgenden 20 Tage wird das MgO vollständig umgesetzt. Die Temperatur ist bis dahin auf ca. 45°C abgesunken. Zu diesem Zeitpunkt setzt allmählich die Kristallisation der 3-1-8 Phase ein, deren Reflexe deutlich nach 28 Tagen zu erkennen sind. Gleichzeitig nimmt der Anteil an 5-1-8 Phase ab, wie der Ausschnitt der Diffraktogramme in Abb. 15 für den Abbindeverlauf mit der eingesetzten MgO-Reaktivität 2 Tage bis 197 Tage nach Anmischen im TZF 60 zeigt. Neben den Bindemittelphasen sind die Reflexe von NaCl aus dem Steinsalzzuschlag zu erkennen, welcher zudem noch etwas Anhydrit enthält.

Nach Quantifizierung aller aufgenommenen Pulverdiffraktogramme ist die Bindemittelphasenentwicklung im TZF 60 in Abb. 16 für die ersten 200 Tage und in Abb. 17 für 4 Jahre nach dem

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 65 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Anmischen zu sehen. Für die MgO-Reaktivität 2 wurden die Messungen mit einem zweiten Probensatz bis 46 Tage nach Anmischen auch wiederholt (offene Symbole).

In analoger Weise wurde die temperatur- und zeitabhängige Phasenbestandsentwicklung für das TZF 90 und TZF 120 analysiert. Die Ergebnisse sind in Abb. 18 bis Abb. 23 dargestellt. Auch im TZF 90 wurden mit einem zweiten Probensatz mit der MgO-Reaktivität 2 die Messungen bis 167 Tage nach Anmischen wiederholt (offene Symbole in Abb. 19 und Abb. 20).


Vor der Interpretation der Ergebnisbilder ist zu berücksichtigen, dass das Anmischen der A1-Rezeptur auf der Schachtanlage II der Asse GmbH mit einer Schwankungsbreite von 3 Ma.% für die ausgewiesenen Rezepturbestandteile realisiert wird. Zur Herstellung der Probekörper mit den MgO-Reaktivitäten 1 und 2 wurde das von der Asse GmbH gelieferte Vorprodukt (Mischung aus MgO und Steinsalz) eingesetzt. Für Reaktivität 3 wurden alle Rezepturkomponenten im Labor eingewogen, so dass für diese Ansätze eine derartige Schwankungsbreite entfällt.

Mit der genauen Umsetzung der A1-Rezepturbestandteile (11,3 Ma.% MgO, 63,7 Ma.% Steinsalz und 25 Ma.% Anmischlösung (Zusammensetzung s. Tab. 6 und Tab. 7) und einem dabei 100% reinen MgO würden entsprechend der stöchiometrischen Umsatzberechnung 27 Ma.% 3-1-8 und 9 Ma.% 5-1-8 Phase entstehen. Weist dagegen das Magnesiumoxid eine Reinheit von 95% auf, entsteht nur noch ein unwesentlicher Anteil an 5-1-8 Phase (<3 Ma.%), welcher im Bereich der Nachweisgrenze liegt.

Im Rahmen der 3%-igen Schwankungsbreite führt eine Erhöhung des MgO-Anteils um 1 Ma.% bis 2 Ma.% (dabei Verringerung des Steinsalzzuschlages um 1 Ma.% bis 2 Ma.%) zur Bildung von etwa gleichen Anteilen an 3-1-8 Phase und 5-1-8 Phase, wenn von 100% reinem MgO ausgegangen wird. Eine Verringerung des MgO-Anteils um 1 Ma.% (zu Gunsten des Steinsalzzuschlages) führt zur ausschließlichen Bildung der 3-1-8 Phase. Mit 2 Ma.% weniger MgO verbleiben neben der 3-1-8 Phase noch etwa 2 Ma.% Porenlösung im abgebundenen Baustoff.

Die Messergebnisse für das TZF 60 in Abb. 16 zeigen, dass prinzipiell und unabhängig von der eingesetzten MgO-Reaktivität primär die 5-1-8 Phase entsteht. Im TZF 90 (Abb. 19) bildet sich mit Erreichen der Temperaturspitze zu geringem Anteil die Hochtemperaturphase 9-1-4 unmittelbar nach Bildung der 5-1-8 Phase aus. Unter Verwendung der MgO-Reaktivität 1 wird die Bildung der 9-1-4 Phase im TZF 90 nicht beobachtet. Ursache ist die hohe MgO-Reaktivität, wodurch die kinetisch kontrollierte Phasenbildung besonders schnell stattfindet und so nur zur Bildung der 5-1-8 Phase führt. Mit 90°C liegt zudem die Grenztemperatur für die Bildung der 9-1-4 Phase vor. Im TZF 120 (Abb. 22) liegt für längere Zeit die Temperatur über 90°C weshalb die 9-1-4 Phase in deutlich höheren Anteilen neben der 5-1-8 Phase bei allen drei eingesetzten MgO-Reaktivitäten kristallisiert. Mit der Bildung dieser Phasen verbleibt Porenlösung im Primärgefüge, wodurch mit Abkühlung und der Zeit die Kristallisation der 3-1-8 Phase ausgelöst wird. Sobald die Porenlösung vollständig verbraucht ist, hat sich der Maximalgehalt an 3-1-8 Phase gebildet.

Über die röntgenographischen Messungen wird der Porenlösungsanteil zusammen mit einem amorphen Bindemittelphasenanteil als röntgenamorpher Anteil analysiert (= amorphe Phase in Abb. 16 bis Abb. 23). Ein Absinken dieses amorphen Anteils im Zeitraum der 3-1-8-Phasenbildung zeigt den Verbrauch von Porenlösung in allen drei untersuchten TZF an. Ein verbleibender amorpher Festphasenanteil baut sich erst über einen langen Zeitraum von 3 bis 4 Jahren unter

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 66 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Kristallisation als 3-1-8 Phase ab. Dieser Weg der Bindemittelphasenbildung zeigt sich unabhängig vom TZF und der eingesetzten MgO-Reaktivität. Letztere bewirkt lediglich ein früheres oder späteres Einsetzen der Kristallisation der 3-1-8 Phase, wie Abb. 16, Abb. 19 und Abb. 22 für die ersten 200 Tage in den jeweiligen drei TZF zeigen. Dabei ist der Unterschied von Reaktivität 1 zu 2 gegenüber Reaktivität 2 zu 3 deutlicher ausgeprägt (im Einklang mit den sich stärker unterscheidenden Zitronensäuretestwerten mit $80\text{ s} \pm 20\text{ s}$ (R 1) von $240\text{ s} \pm 20\text{ s}$ (R 2) und $300\text{ s} \pm 5\text{ s}$ (R 3) (analog auch zu den Verläufen der quasiadiabatischen Temperaturentwicklungen in Abb. 13).

Die offensichtlich unterschiedlich verbleibenden Anteile an 5-1-8 Phase neben 3-1-8 Phase in den A1-Baustoffproben aus den Ansätzen mit MgO-Reaktivität 1 und 2 im TZF 60 und TZF 90 können nur aus einem leicht erhöhten MgO-Anteil (max. 2 Ma.% in Bezug auf die ausgewiesene Rezeptur) im eingesetzten Vorprodukt resultieren. Für das TZF 120 sind offensichtlich keine erhöhten MgO-Anteile im verwendeten Vorprodukt für die Herstellung der Baustoffproben enthalten gewesen.

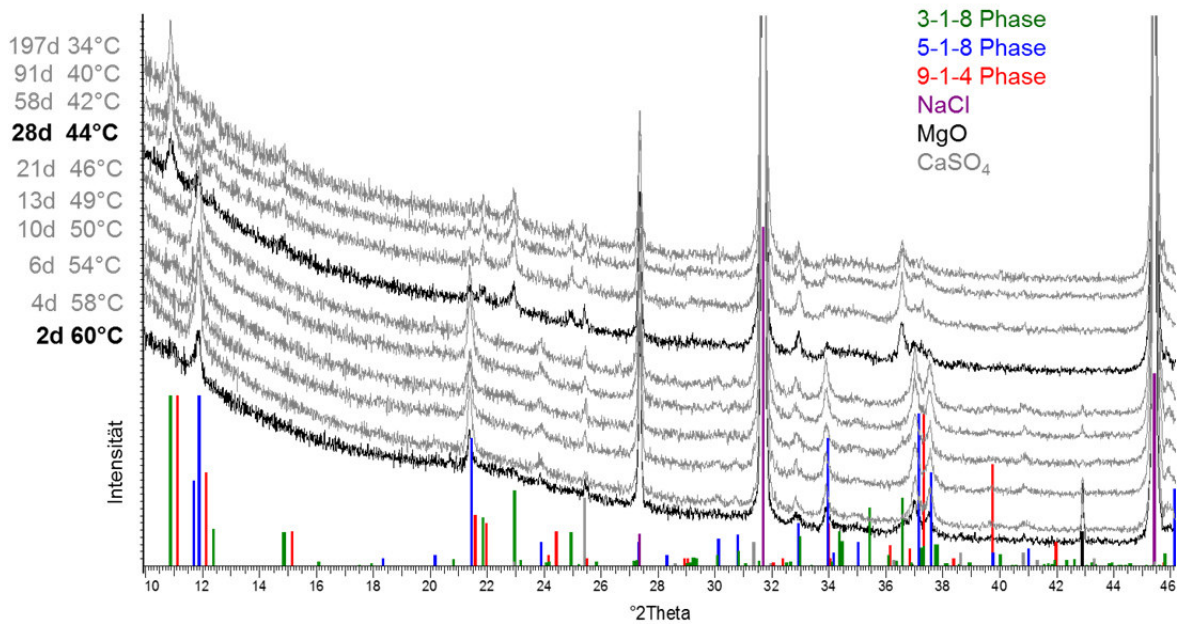


Abb. 15: Ausschnitt der Pulverdiffraktogramme der abbindenden A1-Rezeptur im TZF 60 mit der MgO-Reaktivität 2 innerhalb der ersten 200 Tage (Messbedingungen s. Abschnitt 3.5.1, Beprobungsregime s. Abschnitt 3.6.4)

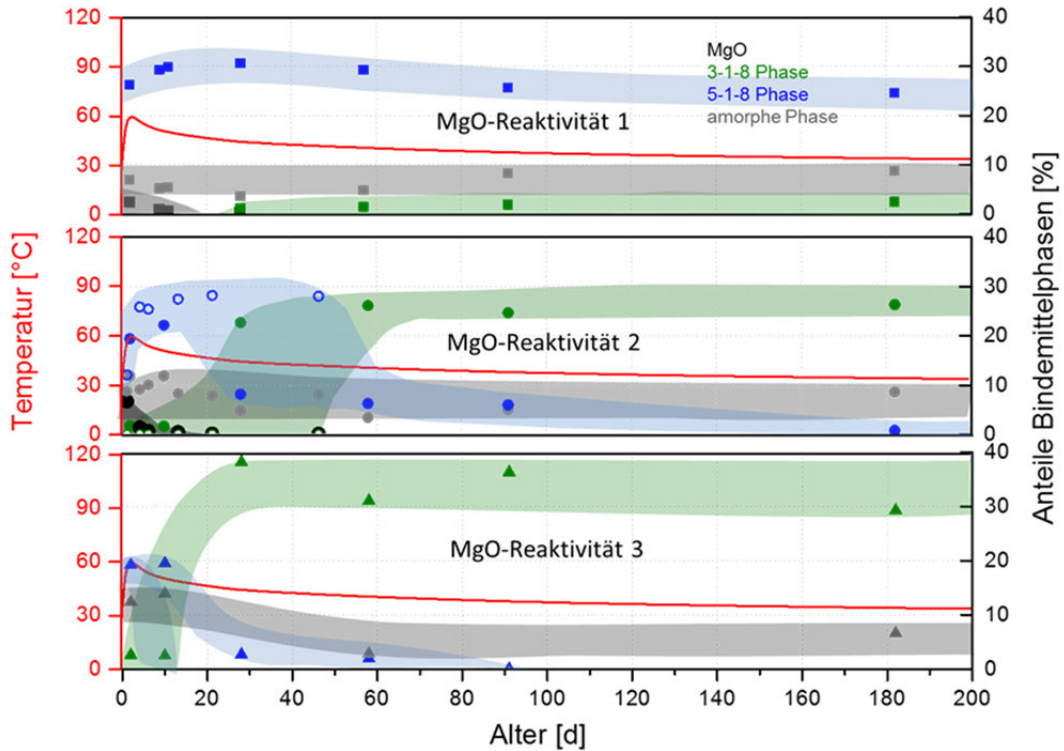


Abb. 16: Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 60 (erste 200 Tage nach Anmischen) für alle drei MgO-Reaktivitäten (Abschnitt 4.1.1)

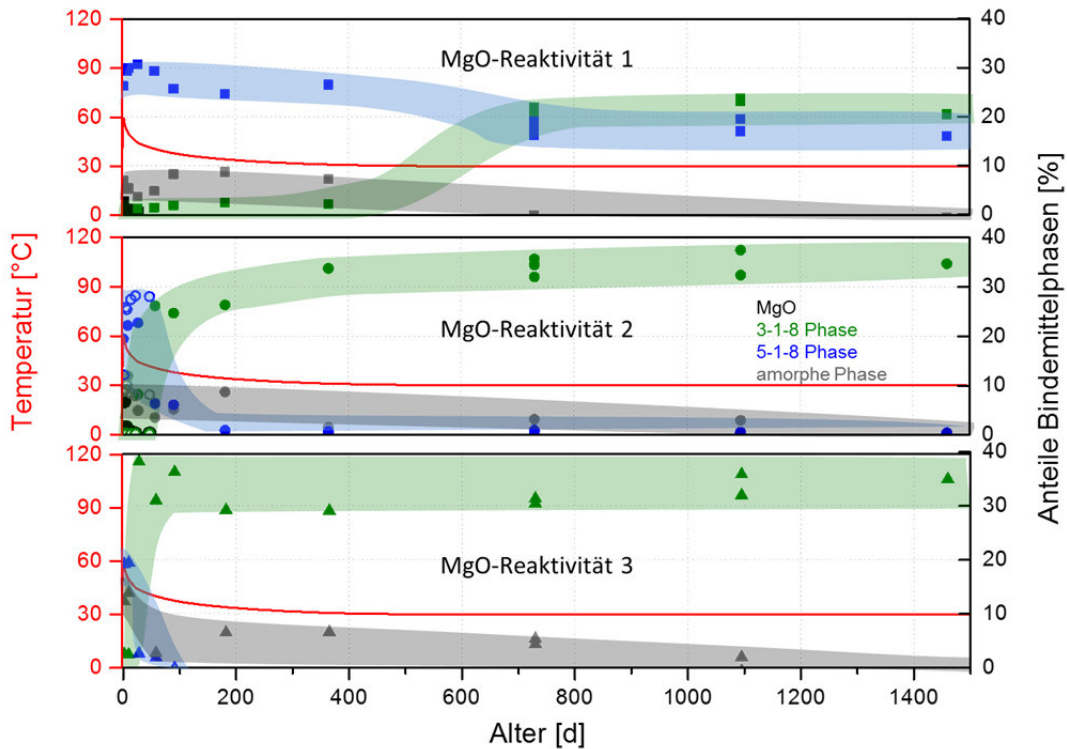


Abb. 17: Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 60 für die MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 über einen Zeitraum von 4 Jahren nach dem Anmischen

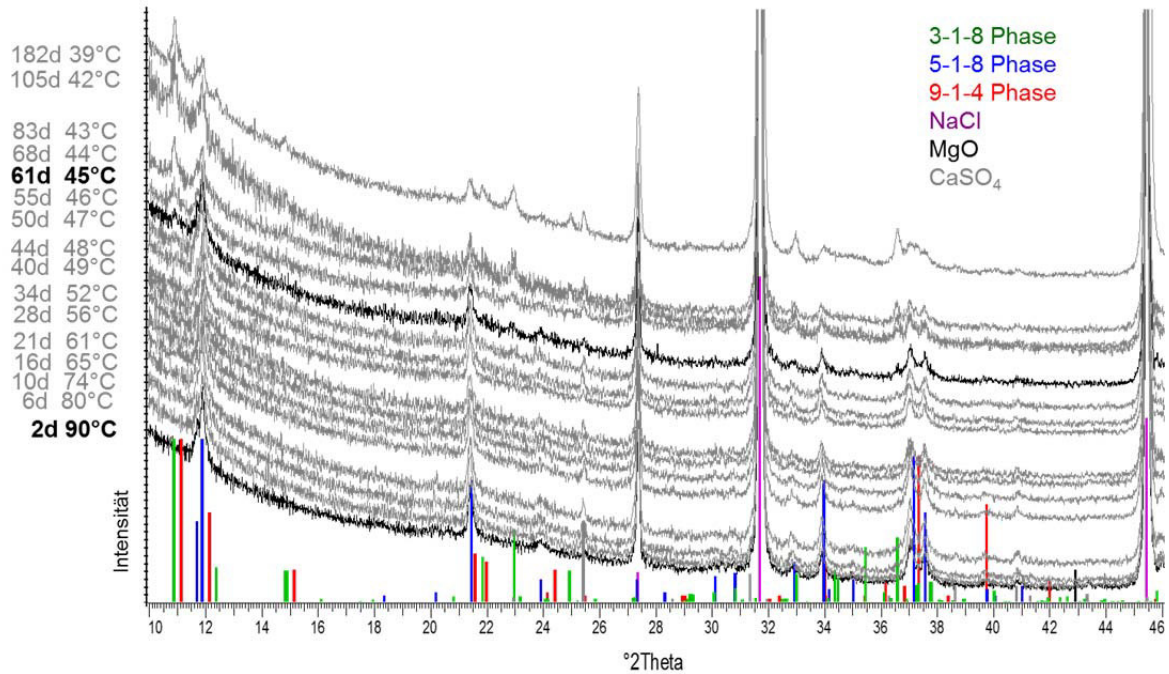


Abb. 18: Ausschnitt und Vergleich der Pulverdiffraktogramme der abbindenden A1-Rezeptur im TZF 90 mit der MgO-Reaktivität 2 innerhalb der ersten 200 Tage (Messbedingungen s. Abschnitt 3.5.1)

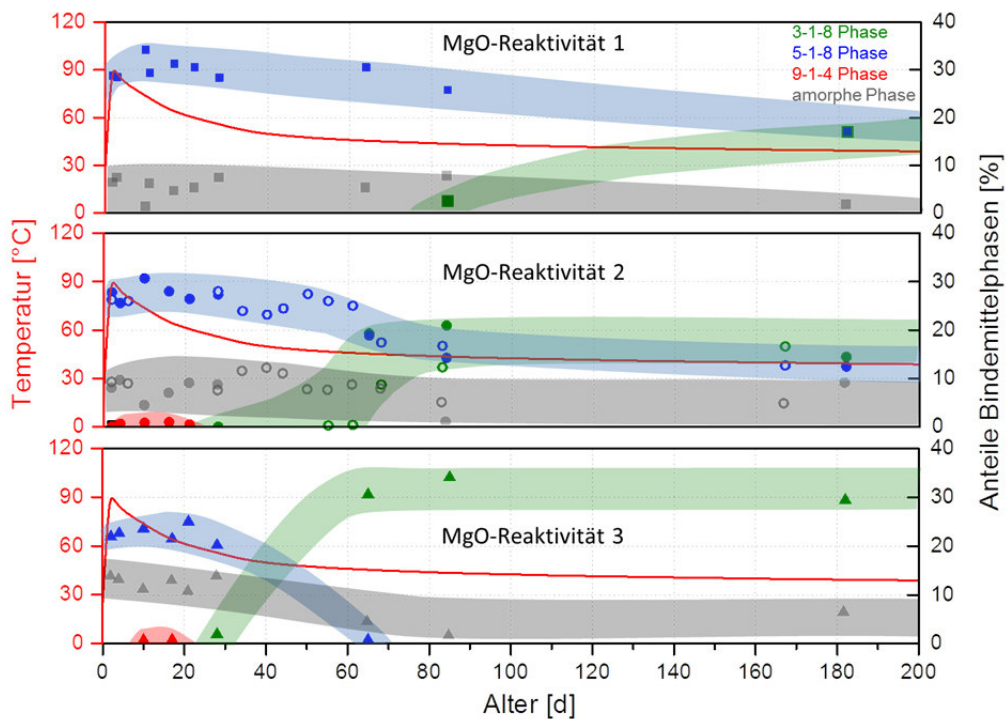


Abb. 19: Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 90 (erste 200 Tage nach Anmischen) für alle drei MgO-Reaktivitäten (Abschnitt 4.1.1)

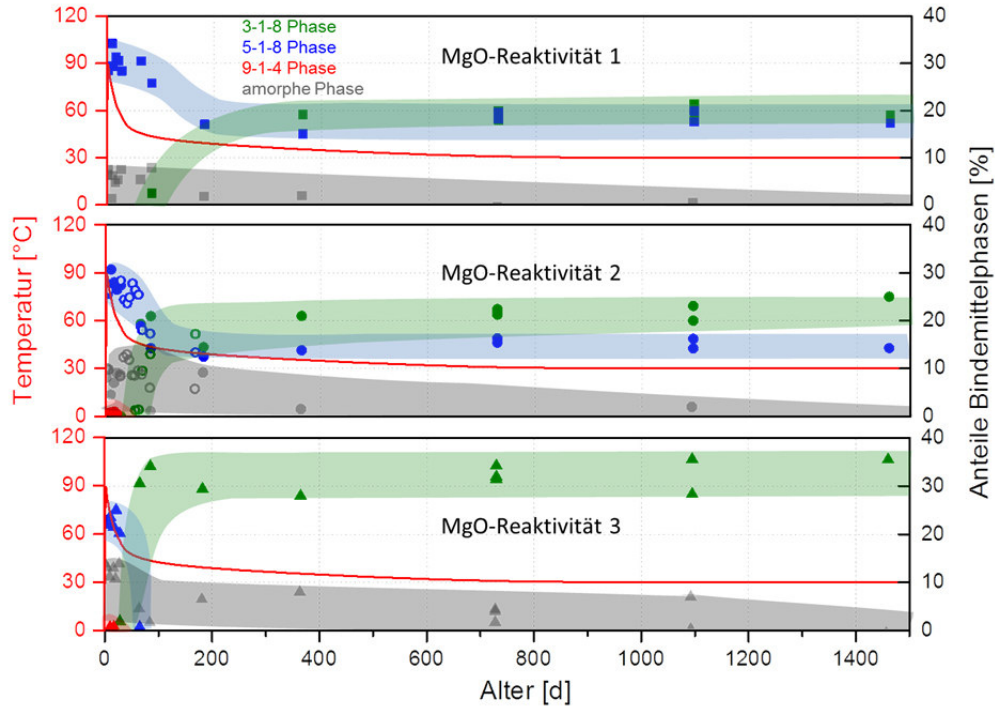


Abb. 20: Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 90 für die MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 über einen Zeitraum von 4 Jahren nach dem Anmischen

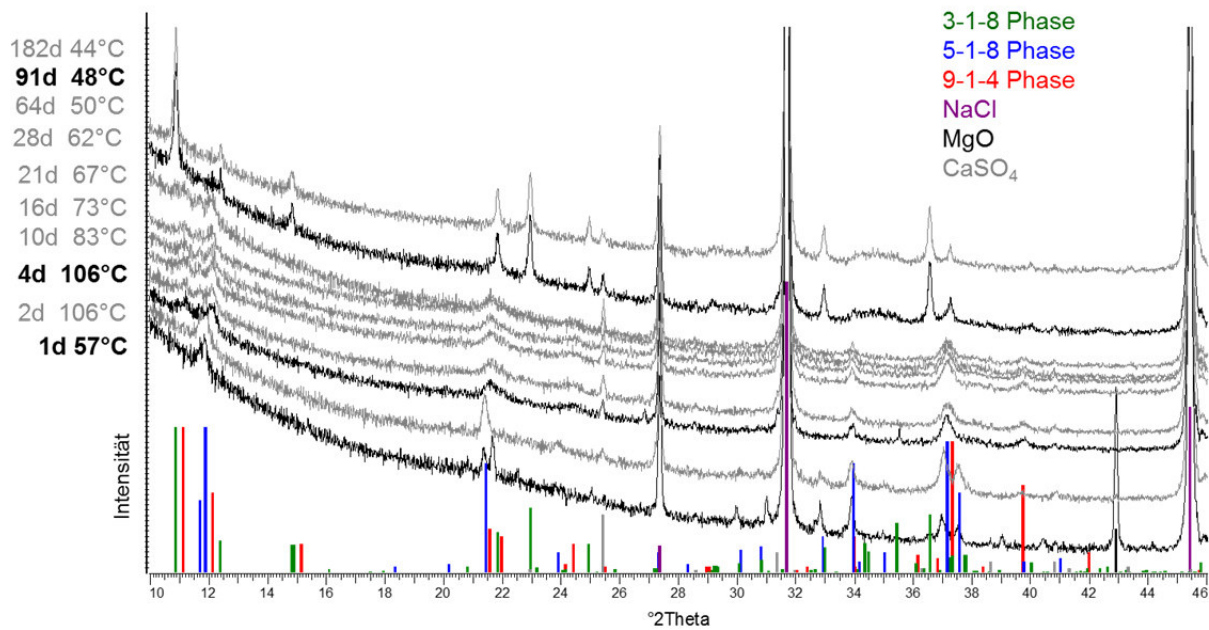


Abb. 21: Vergleichender Ausschnitt der Pulverdiffraktogramme der abbindenden A1-Rezeptur im TZF 120 mit der MgO-Reaktivität 2 innerhalb der ersten 182 Tage (Messbedingungen s. Abschnitt 3.5.1)

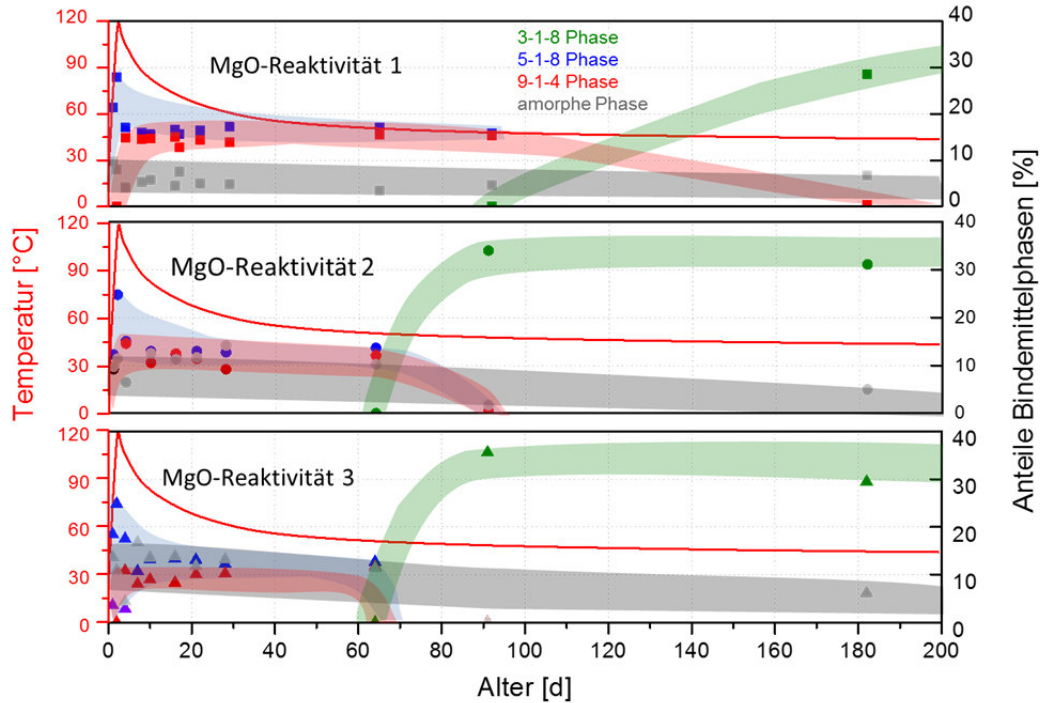


Abb. 22: Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 120 (erste 200 Tage nach Anmischen) für alle drei MgO-Reaktivitäten (Abschnitt 4.1.1)

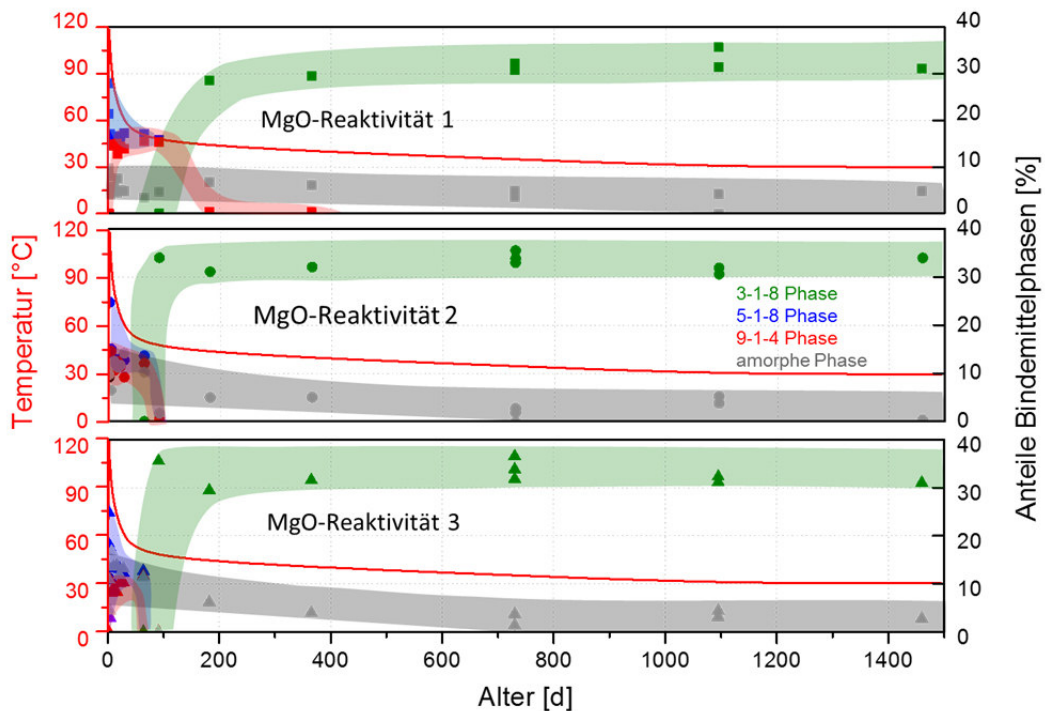



Abb. 23: Bindemittelphasenentwicklung des MgO-Baustoffes der Rezeptur A1 im TZF 120 für die MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 über einen Zeitraum von 4 Jahren nach dem Anmischen

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 71 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Das Druckverhalten des abbindenden A1-Baustoffes wurde für den Rezepturansatz mit der MgO-Reaktivität 2 jeweils durch zwei Messzellen in den drei TZF verfolgt (IfG-Zellen mit DMS, Abschnitt 3.6.3, Abschnitt 4.2.1). Die Druckmessungen wurden beendet, als die letzte der beiden Zellen für den sekundären Lösungszutritt (nach 3 Jahren des Abbindens) dem TZF entnommen wurde.

Die registrierten Druckverläufe sind zusammen mit der Phasenbestandsentwicklung im jeweiligen TZF in Abb. 24 bis 200 Tage und in Abb. 25 bis 3 Jahre nach dem Anmischen gezeigt. Zeitweise auftretende Lücken in den Druckkurven sind durch Ausfälle der Datenübertragung zwischen Freiberg und Leipzig verursacht. Speziell für das TZF 90 kam es zu einem Datenverlust in den ersten 28 Tagen, weshalb der Probe- und Messzellenansatz zu einem späteren Zeitpunkt für diesen TZF-Bereich wiederholt wurde.

Im Ergebnis ist eine Korrelation zwischen Druckentwicklung, Temperaturverlauf und der Phasenbestandsentwicklung zu erkennen. So ist der jeweils anfängliche Druckanstieg und -abfall auf die thermische Expansion bzw. Kontraktion des abbindenden Baustoffes im Zuge der Temperaturerhöhung und nachfolgenden Abkühlung in den ersten Tagen zurückzuführen. Mit dem Abkühlen des Baustoffes hält der Druckabfall solange an, bis die Sekundärkristallisation der 3-1-8 Phase einsetzt. Die Kristallisation der 3-1-8 Phase führt zu einer Kristallisationsdruckentwicklung, die solange anhält, bis die Umwandlung der Primärphasen (5-1-8 oder 5-1-8 und 9-1-4 Phase) in die 3-1-8 Phase abgeschlossen ist.

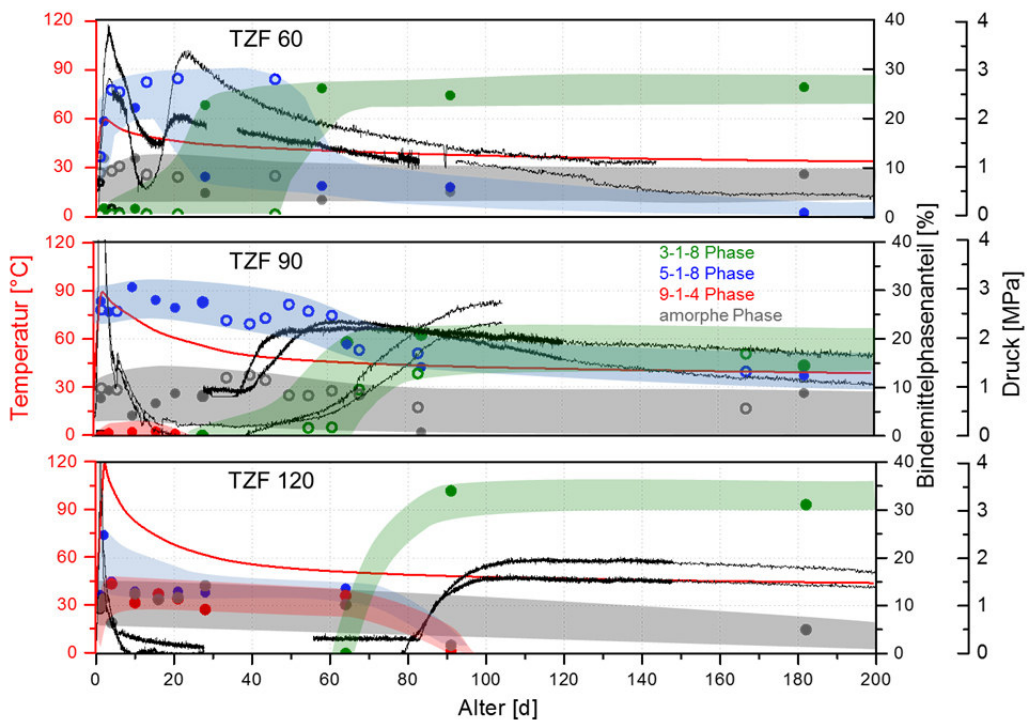



Abb. 24: Druck- und Phasenbestandsentwicklung bis 200 Tage nach Anmischen der A1-Rezeptur mit der MgO-Reaktivität 2 im Vergleich für alle drei TZF

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG		Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1				
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 72 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

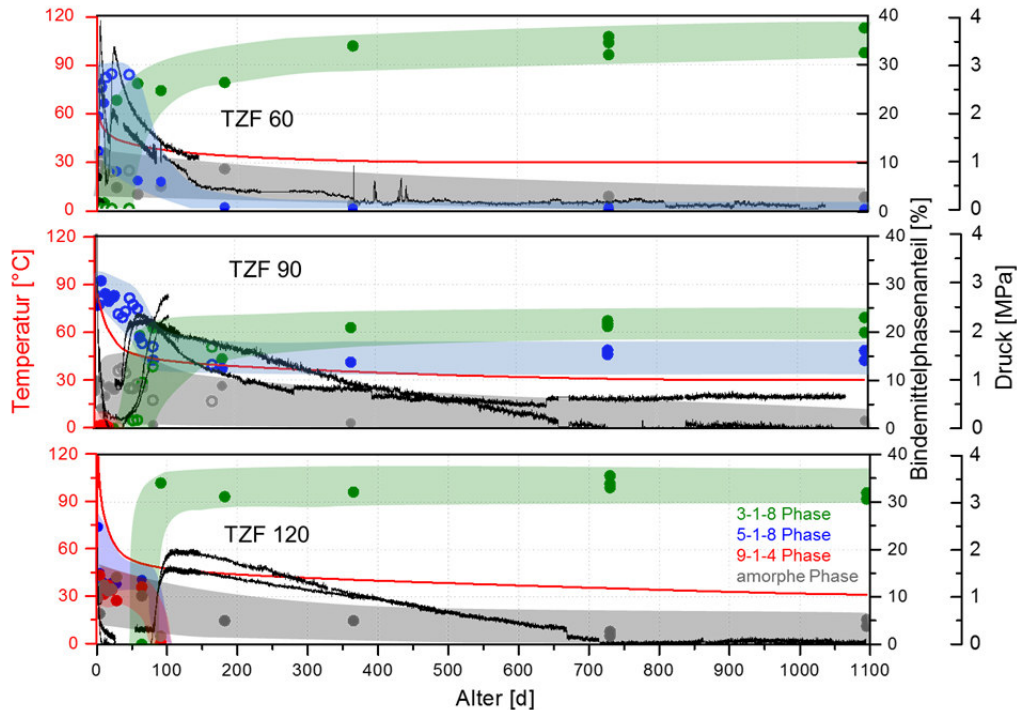


Abb. 25: Druck- und Phasenbestandsentwicklung bis 3 Jahre nach Anmischen der A1-Rezeptur mit der MgO-Reaktivität 2 im Vergleich für alle drei TZF


Die maximal messbaren Kristallisationsdrücke erreichten Werte in der Größenordnung von 2 MPa bis 3 MPa unabhängig vom jeweiligen TZF (Abb. 24).

Im TZF 60 werden die Kristallisationsdruckmaxima früher erreicht, aufgrund der früher einsetzenden 3-1-8-Phasen kristallisation als in den TZF 90 und TZF 120.

Im TZF 90 zeigt sich im Vergleich des ersten Probenansatzes mit der wiederholten Messung, dass die 3-1-8-Phasenbildung und damit verbundene Druckentwicklung im Detail um 1 bis 2 Wochen für die einzelnen Probe- und Messzellen versetzt ablaufen kann.

Mit der höchsten Abbindetemperatur im TZF 120 und folglich länger andauernden Abkühlung setzt die 3-1-8-Phasen kristallisation aus 5-1-8 Phase und 9-1-4 Phase in Gegenwart verliebender Porenlösung und die damit verbundene Druckentwicklung zum vergleichsweise spätesten Zeitpunkt (nach 60 Tagen bis 80 Tagen nach Anmischen) ein.

Die vom Baustoff aufgebauten Kristallisationsdrücke bleiben in der Folgezeit jedoch nicht erhalten. Es kommt zusammen mit der nur noch geringfügig stattfindenden Abkühlung bis zum Erreichen von 30°C zu einem allmählichen Druckabfall. Verursacht wird dieser durch ein „Zurückkriechen“ des Baustoffes in den bei der Bindemittelphasen kristallisation entstandenen Porenraum (Abschnitt 3.5.2, Abschnitt 5.1.2). Der Baustoff ist somit in der Lage dem zunächst aufgebauten Druck wieder auszuweichen (lokales Druckkriechen). Nach ca. 2 Jahren wird mit allen Messzellen ein vollständiger Abbau des zwischenzeitlich entwickelten Kristallisationsdruckes registriert (Abb. 25). Unabhängig von vereinzelt Signal ausschlägen und methodisch nicht auszuschließender Langzeitdrift einzelner DMS (z.B. infolge Kleberalterung) zeigt sich dieser Sachverhalt für alle drei TZF.


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 73 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

5.1.2 Gefügeentwicklung

Porenraum und Baustoffdichte

Mit dem Einsetzen der Abbindereaktion beginnt die Bildung eines Gefüges aus Bindemittelphasen mit darin eingebetteten Zuschlagkörnern (Steinsalzgrus). Die Bindemittelphasen entstehen durch den Auflöseprozess des Magnesiumoxids in $MgCl_2$ -Lösung (Anmischlösung) und der folgenden Ausfällung bzw. Auskristallisation der basischen Magnesiumchlorid-Hydrate (x-y-z Phasen). Mit der Hydratphasenbildung wird die $MgCl_2$ -Lösung vollständig in eine feste Form überführt, wodurch sich das Volumen des Gesamtsystems verringert. Es entsteht ein Bindemittelgefüge, das aus nadelförmig verwachsenen Kristalliten mit dazwischen befindlichen Hohlräumen besteht. Aus der Volumenbilanz kann entsprechend Tab. 11 das im Baustoffgefüge entstehende Porenvolumen berechnet werden, das nach vollständig abgelaufener Abbindereaktion aus der A1-Baustoff-suspension entsteht. Die dazu benötigten Dichten aller A1-Baustoffkomponenten enthält Tab. 12.

Die Dichte der A1-Baustoffsuspension errechnet sich entsprechend der ausgewiesenen Rezeptur (ohne Luftporen) zu $1,938 \text{ g/cm}^3$. Mit der Entstehung des abbinderreaktionsbedingten Porenraumes von 5% (4,7% bei gleichen Anteilen von 3-1-8 Phase und 5-1-8 Phase als Bindemittelphasen) verringert sich auch die sogenannte Reindichte (Dichte ohne Porenraum) des abgebundenen A1-Baustoffes. Diese beträgt $2,058 \text{ g/cm}^3$, wenn ausschließlich die 3-1-8 Phase mit 36,3 Ma.% neben 63,7 Ma.% Steinsalzzuschlag (NaCl) das Baustoffgefüge ausbilden. Entsteht entsprechend eines erhöhten MgO-Anteils (mit 13 Ma.% statt 11,3 Ma.%) zur Hälfte 3-1-8 Phase und 5-1-8 Phase neben 62 Ma.% Steinsalzzuschlag (NaCl), ändert sich die Reindichte mit $2,062 \text{ g/cm}^3$ nur unwesentlich.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 74 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018


Tab. 11: Berechnung des entstehenden Porenraumes beim Abbinden der A1-Rezeptur unter Verwendung der in Tab. 12 angegebenen Dichten

A1-Baustoff	entsprechend Rezepturangaben	Bsp. für erhöhten MgO-Anteil entsprechend verarbeitungstechnologischer Schwankungsbreite von max. 3 Ma. %
Masse in g (entsprechend Ma.%)		
MgO	11,3	13
Anmischlösung (MgCl ₂ -Lösung)	25	25
Steinsalzzuschlag (NaCl)	63,7	62
Volumen in cm³		
MgO	3,156	3,631
Anmischlösung (MgCl ₂ -Lösung)	18,939	18,939
Steinsalzzuschlag (NaCl)	29,491	28,704
= Baustoffsuspension	51,586	51,274
abgebunden in:	-	-
3-1-8 Phase (36,3 g) + NaCl (63,7 g)	19,516 + 29,491 = 49,007	-
oder	-	-
3-1-8 (19 g) + 5-1-8 (19 g) + NaCl (62 g)	-	10,215 + 9,927 + 28,704 = 48,846
Porenraum durch Abbindereaktion	2,579 (5,00 %)	2,428 (4,74%)

Tab. 12: Dichten der Komponenten der A1-Baustoffrezeptur

Phase	Dichte [g/cm ³]	Literatur
MgO	3,58 ⁸	(Tsirelson et al.1998)
Anmischlösung (MgCl ₂ -Lösung)	1,32	(s. Abschnitt 4.1.1 bzw. Anhang 1)
NaCl	2,16 ⁸	(Barett et al. 1954)
3-1-8 Phase	1,86	(DeWolff 1953)
5-1-8 Phase	1,914	(Sugimoto et al. 2007)

⁸ Die Angaben der Dichtewerte schwanken innerhalb weiterer, in der Literatur angegebener Werte um ±0,01 bis ±0,02

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 75 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Mittels Quecksilberdruckporosimetrie wurde der offene, für das Quecksilber zugängliche Porenraum der abbindenden bzw. abgebundenen A1-Baustoffproben zeitgleich mit der Bestimmung des Phasenbestandes im jeweiligen TZF ermittelt. Die Probenstücke (im Mittel ca. 0,1 cm³) wurden für die Messungen nicht getrocknet, um den jeweils vorliegenden Gefügestand bzw. Phasenbestand nicht zu verändern.

Die erhaltenen Porositätswerte liegen für alle drei TZF und MgO-Reaktivitäten im Bereich von 7% ± 3%. Nach 200 Tagen des Abbindens reduziert sich dieser Wert auf 6% ± 2% (Abb. 26) - ein Zeitpunkt, zu welchem im Baustoff in allen drei TZF im Wesentlichen mit der Bindemittelphasenbildung die Baustoffgefügeentwicklung abgeschlossen ist. Die im Zeitraum der ersten 100 Tage eher nach oben abweichenden Porositätswerte (im Bereich von 10%) resultieren aus der Situation, dass das Primärphasengefüge noch einen etwas größeren, z.T. mit Porenlösung gefüllten Porenraum besitzt.

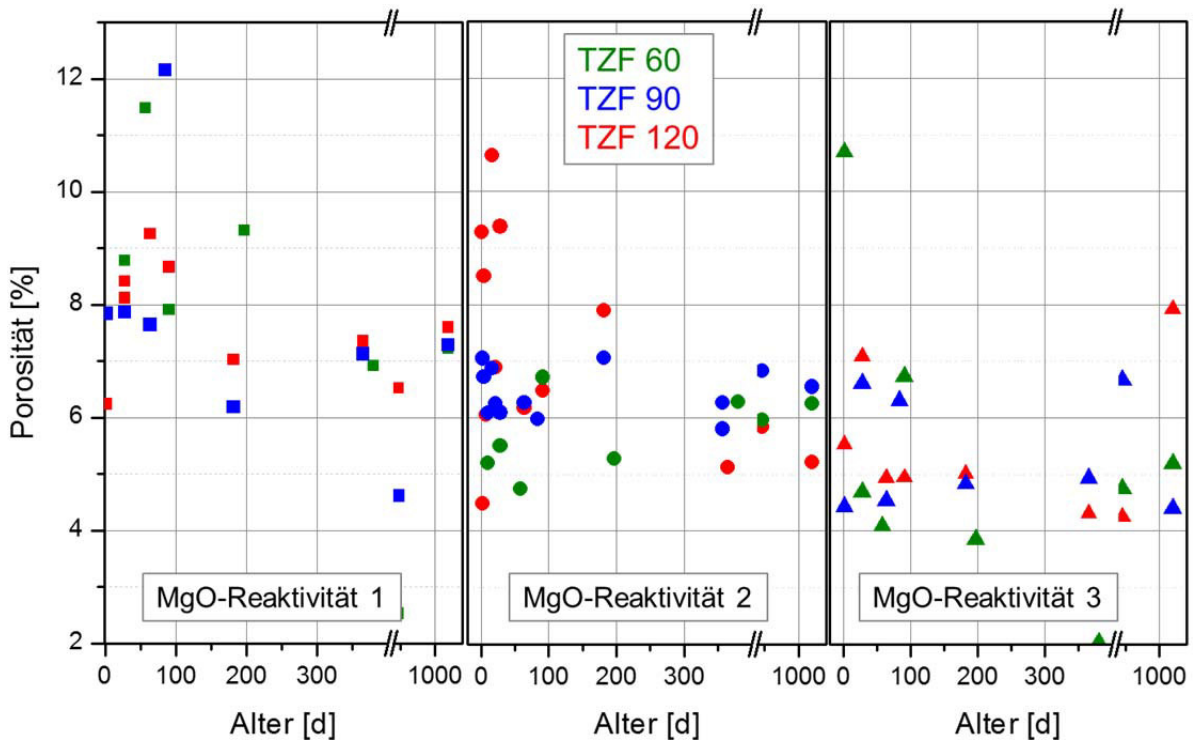



Abb. 26: Porositätswerte für die abbindende A1-Rezeptur in Abhängigkeit vom Probenalter und den eingesetzten MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 für die drei TZF

Die mittels Quecksilberdruckporosimetrie gemessenen Porositätswerte beinhalten Gefüge- sowie Luftporen. Der Luftporenanteil wurde im Rahmen der Bestimmung der Frischbetonparameter zum Anmischtermin des TZF 120 mit 2,7% bestimmt (Tab. 10). Die gemessenen Werte spiegeln damit sehr gut den entstehenden Gefügaporenraum von 5% zuzüglich ca. 3% Luftporen wieder. Gemessene Porositätswerte im Bereich unter 5% repräsentieren dabei Probenbereiche, die keine oder unzugängliche Luftporen enthalten und / oder einen entsprechenden Anteil unzugänglicher Gefügaporen (geschlossener Porenraum) aufweisen.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 76 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

REM-Aufnahmen

Die rasterelektronenmikroskopischen (REM) Aufnahmen (Abb. 27 bis Abb. 29) zeigen grundlegend ein durch die nadelförmig kristallisierenden Bindemittelphasen mit den Steinsalzkörnern verwachsenes Gefüge. Da alle drei auftretenden Bindemittelphasen (5-1-8, 9-1-4 und 3-1-8 Phase) in Form von nadelförmigen Kristalliten auftreten, kann zwischen diesen optisch nicht unterschieden werden.

Nach dem Anmischen ist in den Proben (aus allen drei TZF und MgO-Reaktivitäten) die Bildung der Bindemittelphasen in Gegenwart noch vorhandener Porenlösung erkennbar, bis die Sekundärkristallisation der 3-1-8 Phase einsetzt bzw. abgeschlossen ist. Für die REM-Aufnahmen werden die Proben vor dem Bedampfen (mit einer Goldschicht) evakuiert. Dabei kommt es zu einer schnellen Eintrocknung der zu diesen Zeitpunkten noch enthaltenen Porenlösung, wodurch die verwachsenen Nadeln der Bindemittelphase(n) verklebt oder mit einem Film überzogen erscheinen (Abb. 27). Mit dem Verbrauch der Porenlösung durch die Sekundärkristallisation der 3-1-8 Phase ist diese besonders in Form größerer Nadeln im zuvor lösungserfüllten Porenraum zu erkennen (Abb. 28). Ab diesem Zeitraum sind keine verklebten oder mit einem Film überzogene Bereiche mehr erkennbar.

Die bei der Phasenbestandsanalyse quantifizierten amorphen Bindemittelphasenanteile sind als nichtkristalline, schwammförmige Formen in einigen der zahlreichen REM-Aufnahmen zu erkennen (Abb. 29).

Es wurden keine Unterschiede bezüglich der MgO-Reaktivität oder des jeweiligen TZF, innerhalb welchem die Abbindereaktion stattgefunden hat, beobachtet. Das geht aus der Auswertung von ca. 2.000 REM-Aufnahmen hervor. Die für die Abb. 27 bis Abb. 29 ausgewählten REM-Aufnahmen stellen eine repräsentative Auswahl dar.



Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 77 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

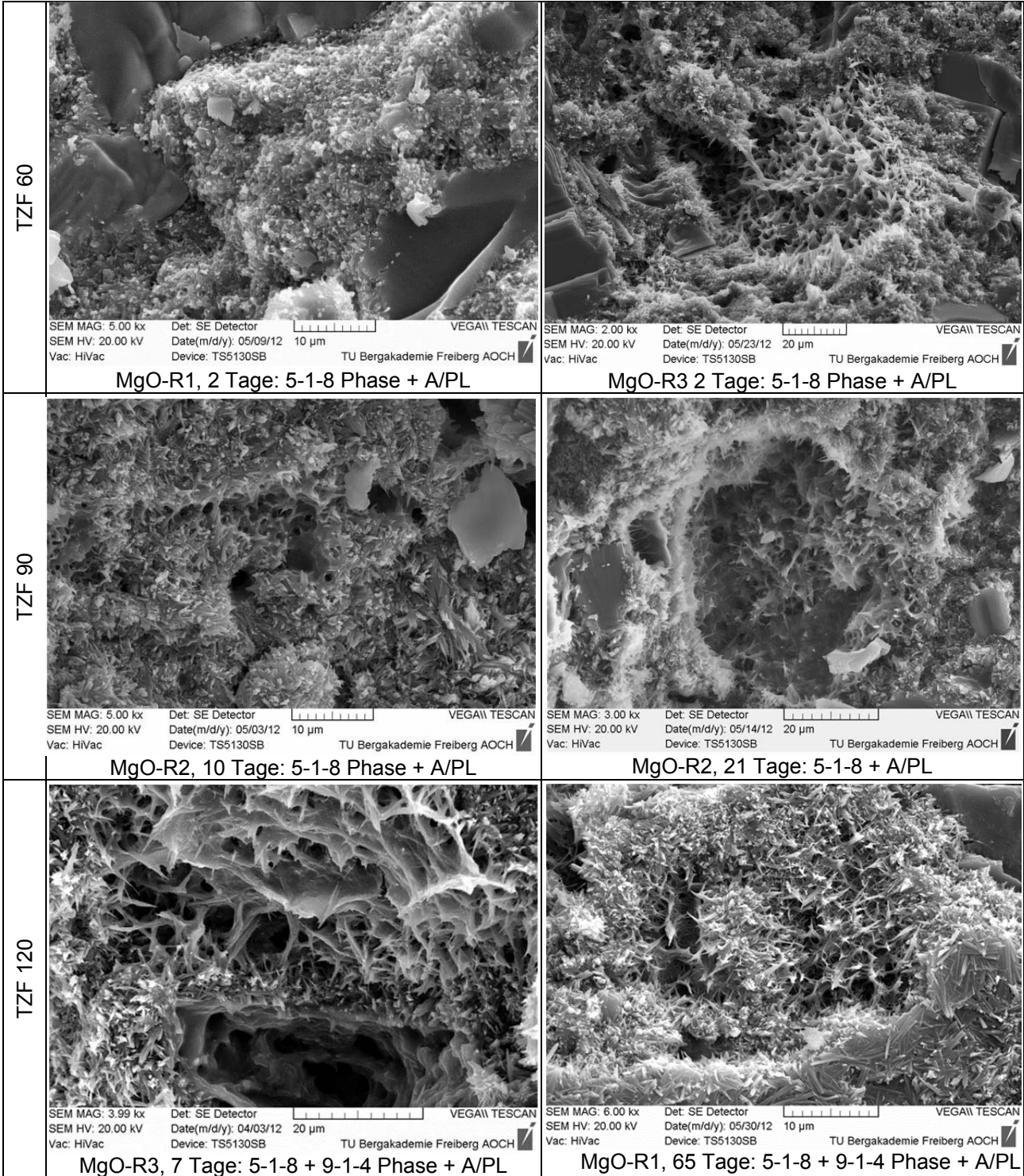


Abb. 27: REM-Aufnahmen (Beispielauswahl) des abbindenden A1-Baustoffes in den drei TZF im Zeitraum des Primärphasengefügezustandes (unter den Bildern ist jeweils die Reaktivität des eingesetzten MgO's, das Alter der Probe nach Anmischen und der zum Zeitpunkt der Aufnahme vorliegende Bindemittelphasenbestand angegeben (A/PL = amorphe Phase inkl. Porenlösung))



Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 78 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

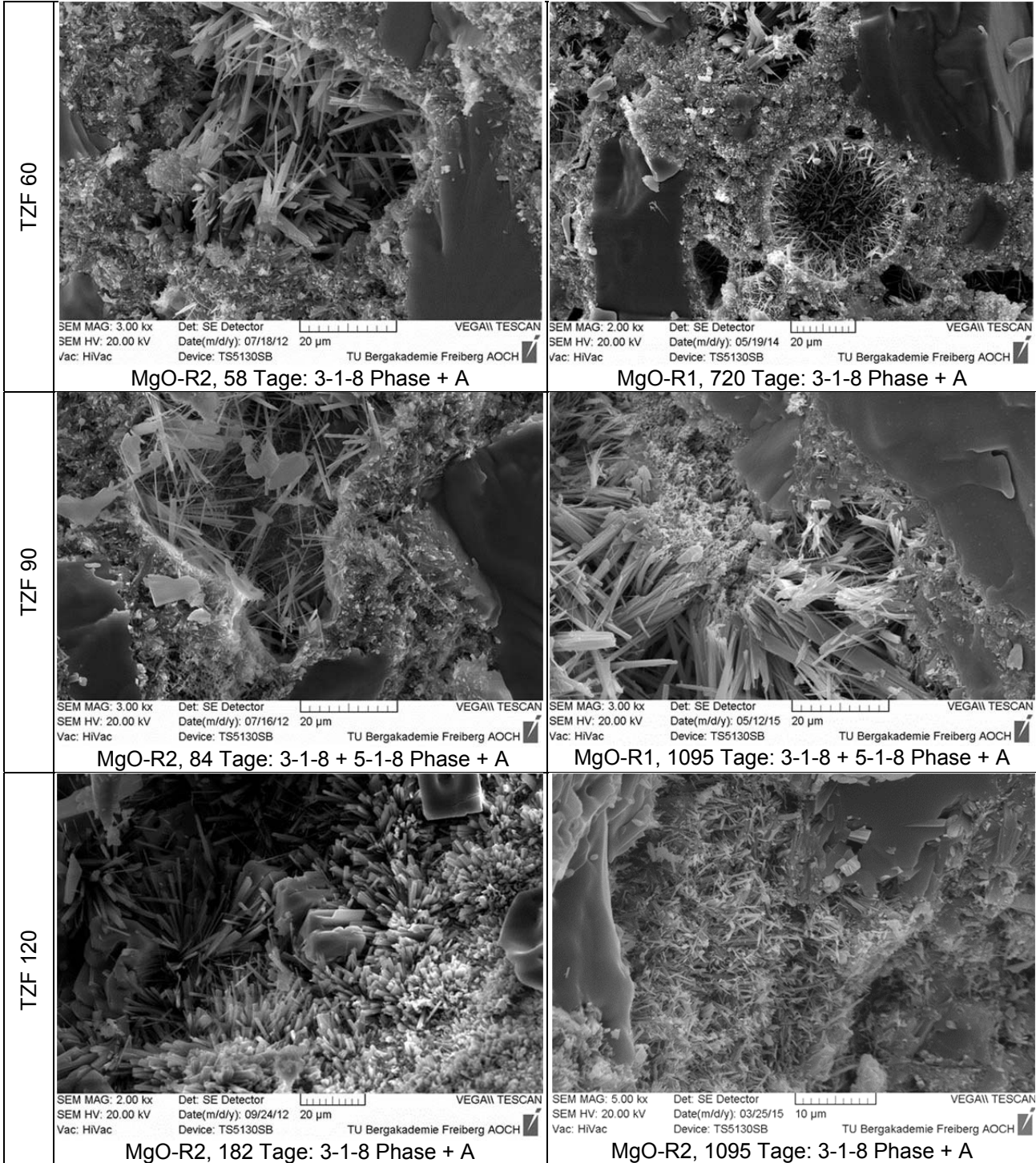
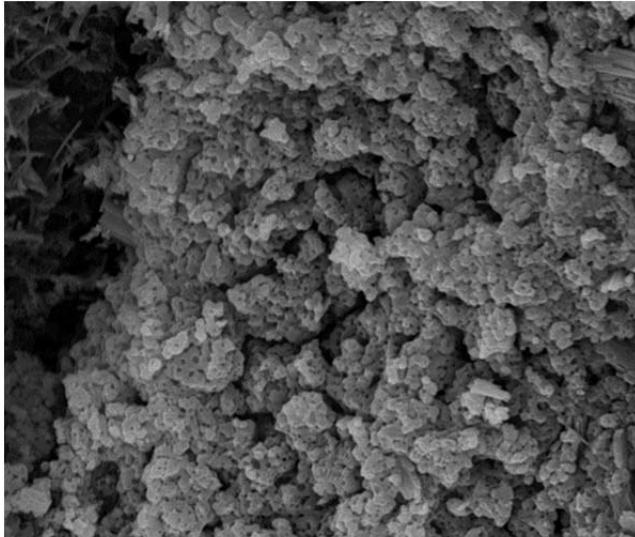


Abb. 28: REM-Aufnahmen des abgebundenen A1-Baustoffes in den drei TZF nach Einsetzen der Sekundärkristallisation (unter den Bildern ist jeweils die Reaktivität des eingesetzten MgO's, das Alter der Probe nach Anmischen und der zum Zeitpunkt der Aufnahme vorliegende Bindemittelphasenbestand angegeben (A = amorpher Bindemittelphasenteil))

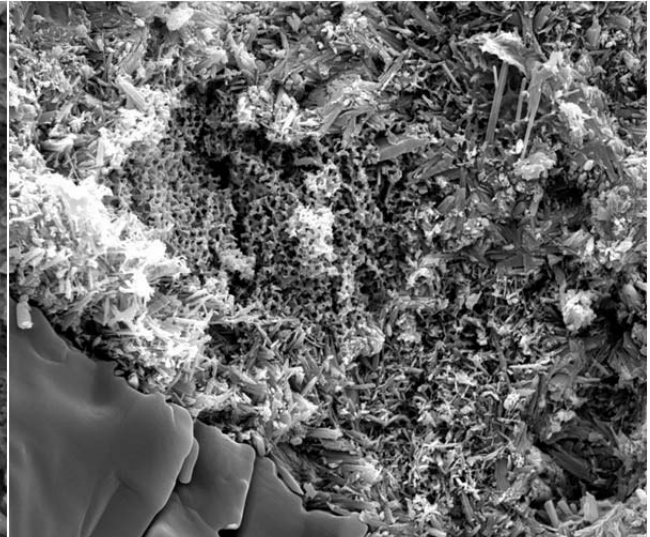


Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 79 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018



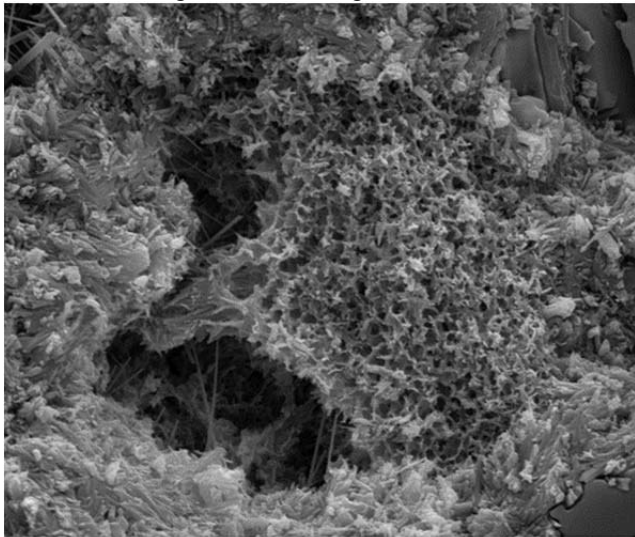
SEM MAG: 15.00 kx Det: SE Detector
SEM HV: 20.00 kV Date(m/d/y): 05/19/14 5 µm
Vac: HiVac Device: TS5130SB TU Bergakademie Freiberg

TZF 60, MgO-R3, 720 Tage: 3-1-8 Phase + A



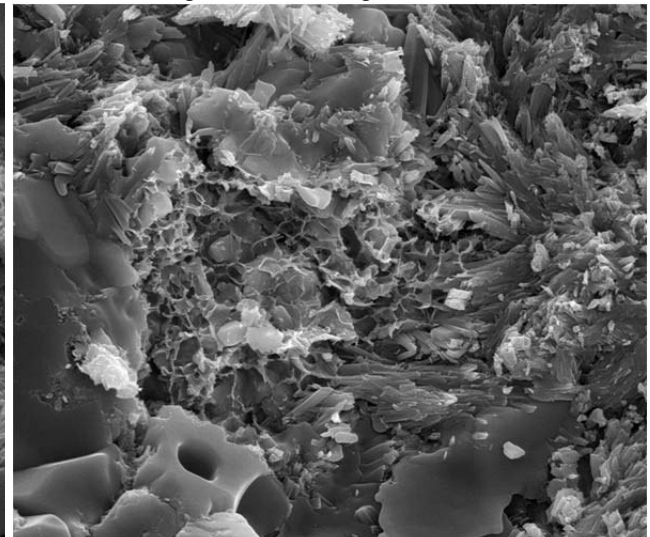
SEM MAG: 6.00 kx Det: SE Detector
SEM HV: 20.00 kV Date(m/d/y): 05/19/14 10 µm
Vac: HiVac Device: TS5130SB TU Bergakademie Freiberg

TZF 60, MgO-R2, 730 Tage: 3-1-8 Phase + A



SEM MAG: 6.00 kx Det: SE Detector
SEM HV: 20.00 kV Date(m/d/y): 04/17/13 10 µm
Vac: HiVac Device: TS5130SB TU Bergakademie Freiberg


TZF 90 R2 365 Tage: 3-1-8 + 5-1-8 Phase + A



SEM MAG: 5.00 kx Det: SE Detector
SEM HV: 20.00 kV Date(m/d/y): 09/24/12 10 µm
Vac: HiVac Device: TS5130SB TU Bergakademie Freiberg

TZF 120, MgO-R2, 182 Tage: 3-1-8 Phase + A

Abb. 29: REM-Aufnahmen der A1-Baustoffproben aus den drei TZF mit lokal sichtbaren amorphen Bindemittelphasenanteilen (unter den Bildern ist jeweils das TZF, die Reaktivität des eingesetzten MgO's, das Alter Probe nach Anmischen und der zum Zeitpunkt der Aufnahme vorliegende Bindemittelphasenbestand angegeben (A = amorpher Bindemittelphasenanteil))

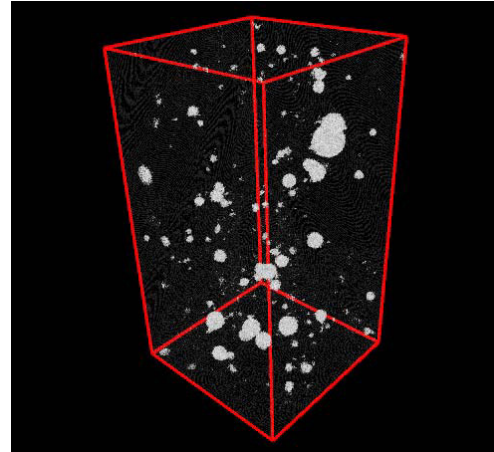
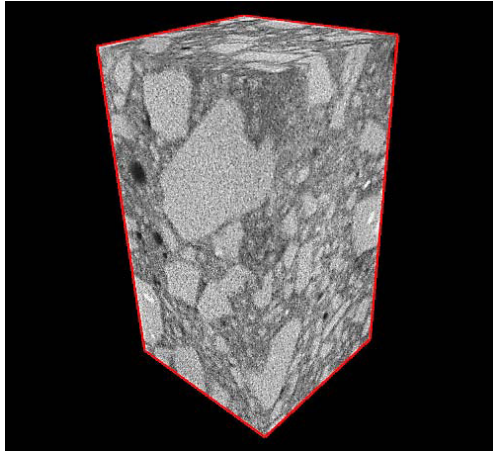
 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 80 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Röntgencomputertomographie (CT)

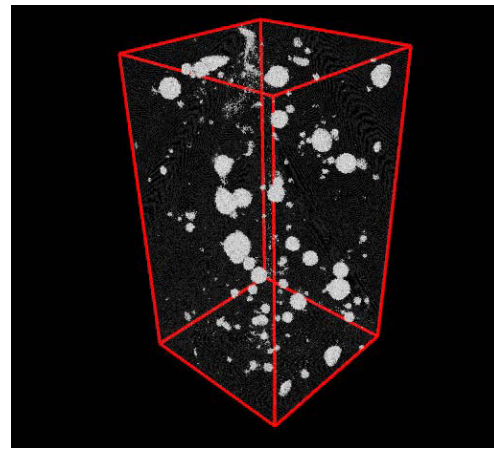
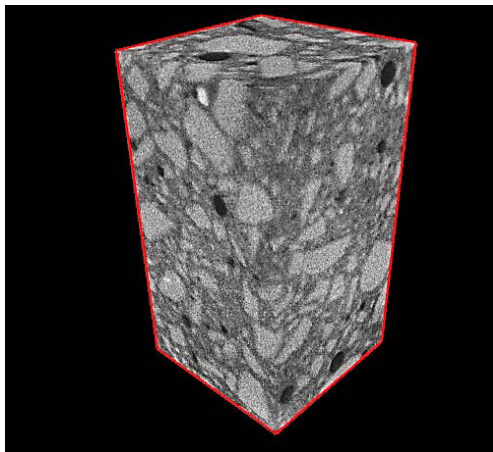
Die Gefügematrix aus Steinsalzkörnern, Bindemittelphasen und Luftporen ($>10\ \mu\text{m}$) lässt sich sehr gut mit CT-Aufnahmen an ca. $5\ \text{mm} \times 5\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$ Probestücken des A1-Baustoffes räumlich abbilden, wie Abb. 30 für Proben aus dem TZF 90 zeigt. Die Voxelgröße nach Rekonstruktion der Messdaten liegt bei $8,7\ \mu\text{m}$. Damit wurde die gerätetechnisch maximal erreichbare Auflösung von etwa $5\ \mu\text{m}$ nahezu erreicht.

Zur Visualisierung des Gesamtgefüges sind entsprechend der dichteabhängigen Röntgenabsorptionseigenschaften der Gefügebestandteile Bereiche in Richtung geringerer Stoffdichte mit zunehmender Schwarzfärbung dargestellt (Abb. 30, links). Somit sind die Steinsalzkörner mit der höchsten Stoffdichte im Gefüge als die hellsten Bereiche im Vergleich zum grau gefärbten Bereich der Bindemittelphasen und den schwarz gefärbten luftgefüllten Bereichen (Luftporen) erkennbar. Zur alleinigen Visualisierung des Luftporenraumes wurde die inverse Darstellung genutzt (Abb. 30, rechts).

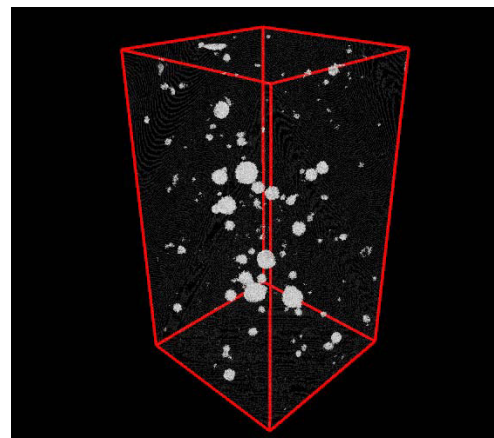
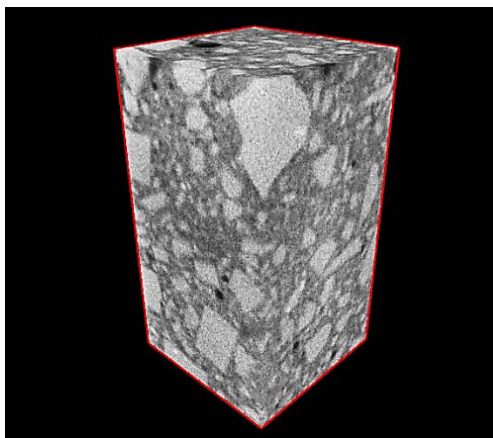
Um eine etwas bessere visuelle Auflösung des Bindemittelphasenbereiches zur Unterscheidung des Gefügezustandes im Frühstadium (Primärphasenbildung) und nach Sekundärphasenbildung zu erhalten, wurden speziell Baustoffproben ohne Steinsalzzuschlag im TZF 60 abbindend hergestellt. Dazu wurden nur das Magnesiumoxid und die Anmischlösung im Verhältnis der A1-Rezeptur umgesetzt. Die an diesen Proben durchgeführten CT-Messungen zeigt Abb. 31 nach 1, 6, 32 Tagen sowie Abb. 32 in zweidimensionaler Schnittdarstellung nach 1, 6, 32 und 124 Tagen Abbinden im TZF 60. Da MgO die Phase mit der höchsten Dichte ($3,58\ \text{g/cm}^3$) im Baustoffsystem ist, ist dieses am Tag 1 und 6 in Form der hellsten Punkte (Flecke) zu erkennen. Die in Richtung Grau abgestuften Bereiche entsprechen der Primärbindemittelphase 5-1-8. Schwarz erscheinen wiederum die mit Luft erfüllten Räume. Damit sind die Poren, insbesondere Luftporen sehr gut zu erkennen. Nach 32 Tagen enthält das Gefüge kein MgO mehr und aus der 5-1-8 Phase bildet sich bereits die 3-1-8 Phase (nicht optisch voneinander unterscheidbar). Da letztere auch in die lösungserfüllten Porenräume hineinkristallisiert, sind keine klar abgegrenzten Luftporen mehr zu erkennen. Sie erscheinen diffus, was deutlich in den 2D-Schnittdarstellungen in Abb. 32 zu erkennen ist. Bei den helleren (fleckenhaften) Bereichen handelt es sich um ursprüngliche, größere MgO -Körner bzw. Lokaltäten, aus welchen lokal angereichert die 5-1-8 Phase entstanden ist. Nach 124 Tagen ist mit der relativ homogenen Graufärbung ein weitgehend homogenes Bindemittelgefüge zu erkennen, das entsprechend Phasenbestandsanalyse (Abschnitt 5.1.1) ausschließlich aus 3-1-8 Phase besteht.



TZF 90, MgO-R 2, 2 Tage: 5-1-8 Phase + A/PL




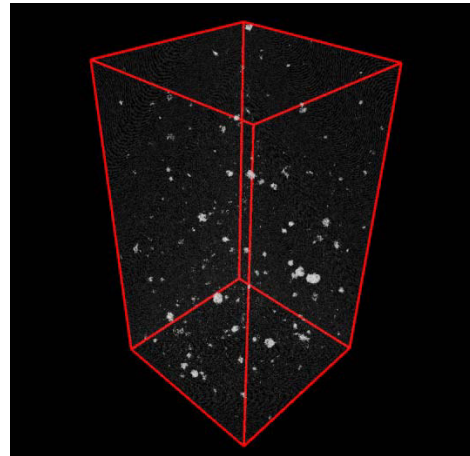
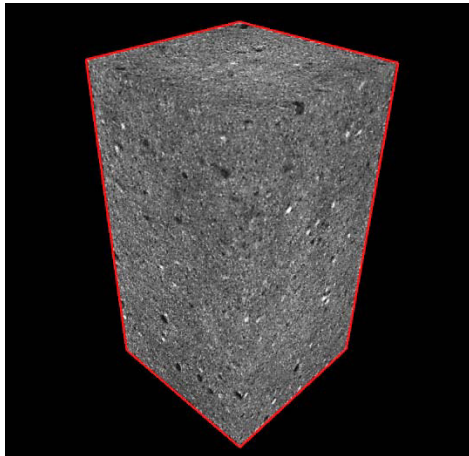
TZF 90, MgO-R 2, 28 Tage: 5-1-8 Phase + A/PL



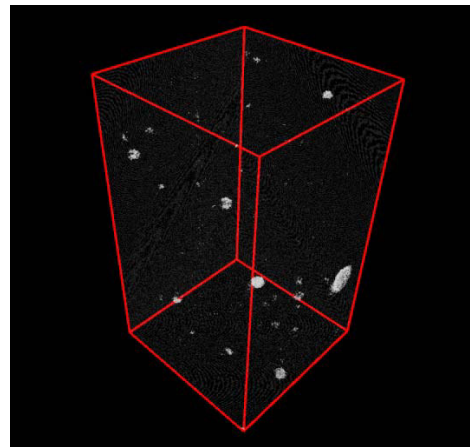
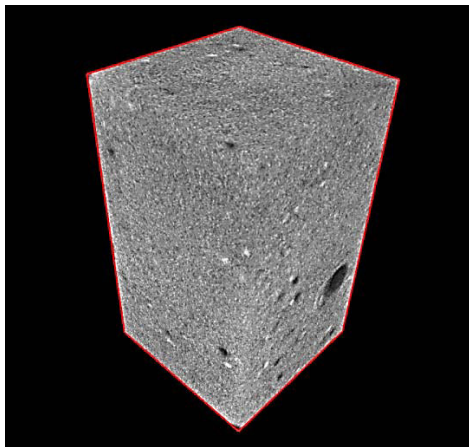
TZF 90, MgO-R 2, 182Tage: 3-1-8+ 5-1-8 Phase + A

Abb. 30: CT-Aufnahmen von ca. 5 mm x 5 mm x 5 mm Proben des A1-Baustoffes aus dem TZF 90 der MgO-Reaktivität 2; (das Alter der Proben ist zusammen mit dem Bindemittelphasenbestand jeweils unter den Bildern angegeben; Voxelgröße: 8,7 µm) Links: Darstellung mit zunehmender Stoffdichte von schwarz nach weiß; Rechts: inverse Darstellung des Porenraums

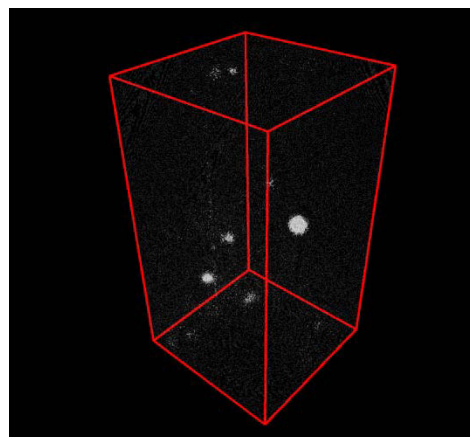
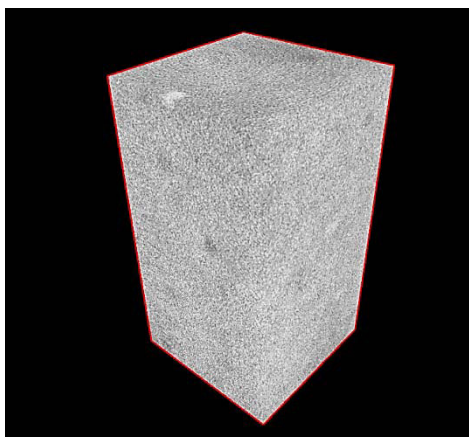
 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 82 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	



TZF 60, MgO-R 2, 1 Tag: MgO + 5-1-8 Phase + A/PL




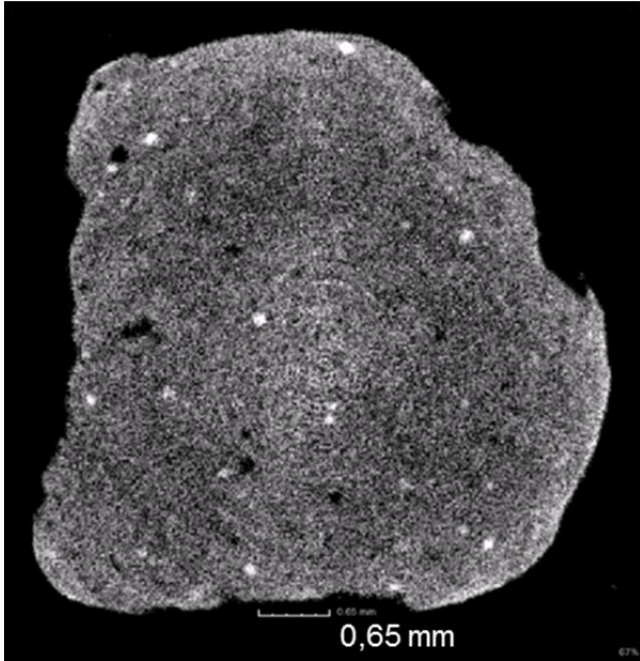
TZF 60, MgO-R 2, 6 Tage: MgO + 5-1-8 Phase + A/PL



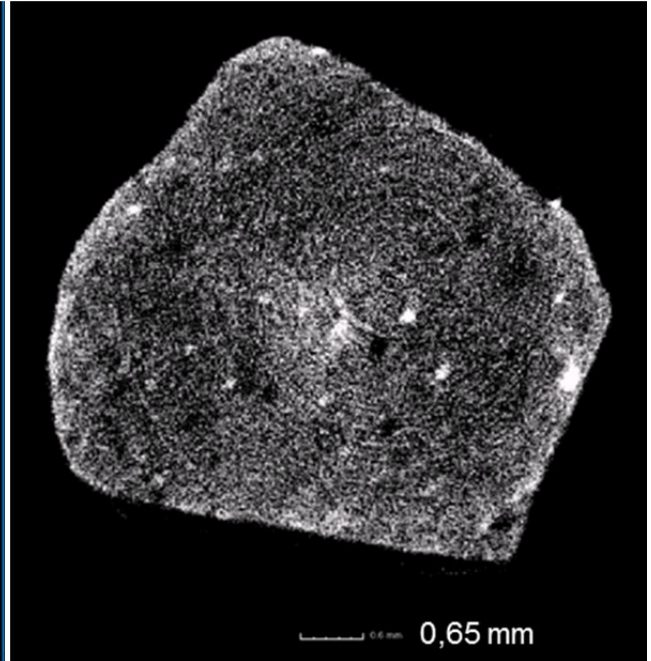
TZF 60, MgO-R 2, 32 Tage: 5-1-8 + 3-1-8 Phase + A/PL

Abb. 31: CT-Aufnahmen der Baustoffproben ohne Steinsalzzuschlag aus dem TZF 60 (MgO-Reaktivität 2) (das Alter der Proben ist zusammen mit dem Bindemittelphasenbestand unter den Bildern angegeben (A/PL = amorphe Phase inkl. Porenlösung), Voxelgröße: 8,7 µm). Links: Darstellung mit zunehmender Stoffdichte von schwarz nach weiß; Rechts: inverse Darstellung des Porenraums

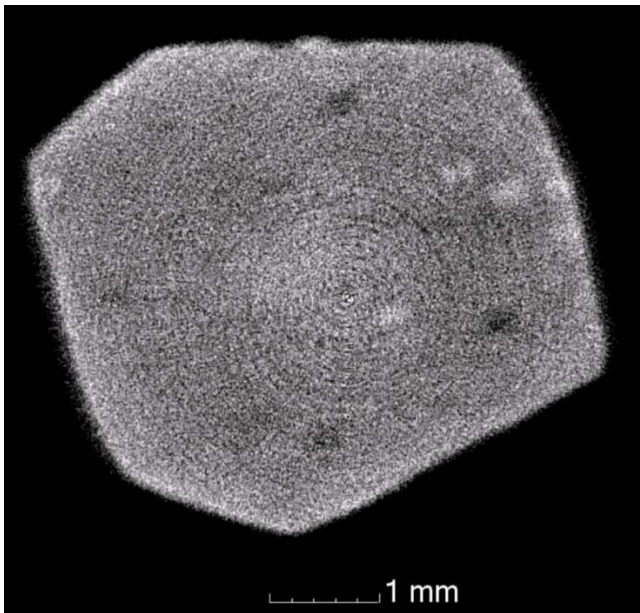
 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 83 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		



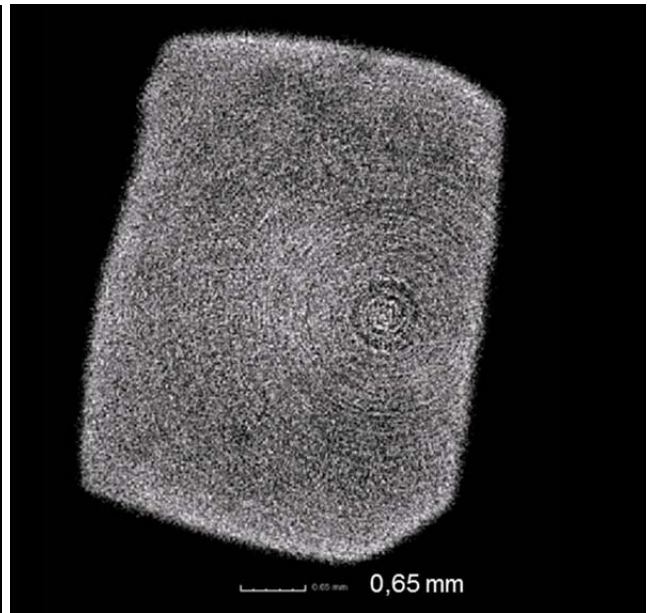
TZF 60, MgO-R 2, 1 Tag: MgO + 5-1-8 Phase + A/PL



TZF 60, MgO-R 2, 6 Tage: MgO+5-1-8 Phase+A/PL




TZF 60, MgO-R 2, 32 Tage: 5-1-8+3-1-8 Phase+A/PL



TZF 60, MgO-R 2, 124 Tage: 3-1-8 Phase + A/PL

Abb. 32: CT-Aufnahmen der Baustoffproben ohne Steinsalzzuschlag aus dem TZF 60 (MgO-Reaktivität 2) als 2D-Projektion (das Alter der Proben nach Anmischen und Phasenbestand sind jeweils unter den Bildern angegeben). Bereiche zunehmender Stoffdichte von schwarz nach weiß hin abgestuft zu erkennen

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 84 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

5.1.3 Petrophysikalische Probencharakterisierung

Dichte und P-Wellengeschwindigkeit (v_p) für verschiedene TZF – Abschätzung der Gesamtporosität

Entsprechend des Beprobungsplanes wurden zum jeweiligen Zeitpunkt aus dem TZF (Tab. 2, Abb. 6) jeweils zwei IfG-Zellen (Abb. 4) entnommen, wobei eine Zelle für die Anströmversuche (Abschnitt 5.2) umgerüstet wurde und aus der zweiten Zelle nach dem Auspressen⁹ entsprechend Abschnitt 4.2.3 drei Prüfkörper ($d = 40\text{mm}$; $l = 80\text{mm}$) hergestellt und vermessen wurden. Der Zeitraum von der Entnahme der Prüfkörper bis zur eigentlichen Vermessung betrug (u.a. wegen zeitlich nicht verfügbaren Prüfkapazitäten) bis zu 4 Wochen (i.d.R. einige Tage), was abgesehen für die sehr jungen Proben (Alter $\leq 28\text{d}$), keinen signifikanten Einfluss bedeutet, weil die Proben zur Vermeidung eines Feuchtigkeitsverlusts jeweils in PE-Folien eingeschweißt und bei Raumtemperatur gelagert wurden.

Die in den drei TZF abgebundenen A1-Baustoffproben mit der MgO-Reaktivität 2 zeigen makroskopisch keine Unterschiede. In der gelblich / grauen Matrix (Abb. 33) sind die bis zu 4 mm großen Zuschlagskörner aus Steinsalz zu erkennen, wobei neben idiomorphen Kristallspaltflächen auch xenomorphe Bruchflächen von feinkörnigen Salzkornaggregaten sichtbar sind.

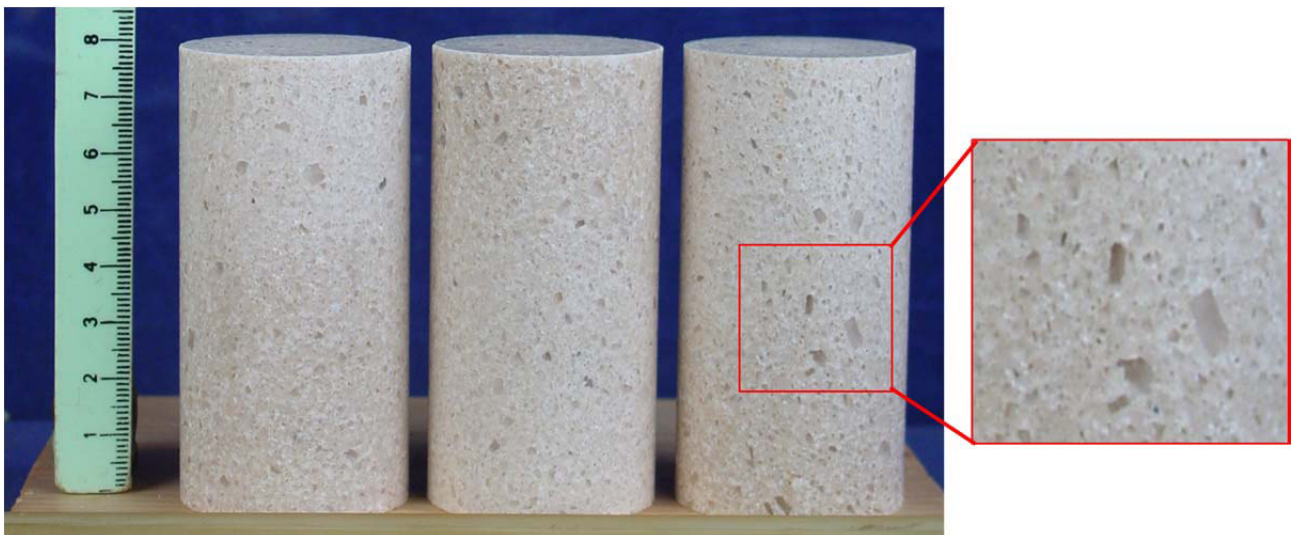



Abb. 33: Probekörper (TZF 120-365d) für die geomechanische Charakterisierung

Die Dichte- v_p -Variationsspektren der Einzelprobekörper sind in Abb. 34 dargestellt. Die v_p -Geschwindigkeiten variieren zwischen 4,05 km/s und 4,52 km/s und die Dichten zwischen 1,90 g/cm³ und 1,95 g/cm³. Gleichzeitig ergibt sich nur ein sehr schwacher Trend einer Zunahme der Geschwindigkeit mit steigender Dichte. Im Detail (Abb. 35) zeigen die Proben nur eine sehr

⁹ Die Vermessung der Proben nach dem Auspressen ergab generell geringere Massen, als nach der Einwaage bei der Probenherstellung bestimmt wurde. Teilweise zeigte sich, dass Baustoff in die Sinterplatten (bis zu 20 g \approx 10 cm³) eingedrungen war.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 85 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

geringe Streuung, die unabhängig vom jeweiligen TZF und Probenalter ist. Offenbar spiegeln die Messwerte hier nur die probenspezifische Streuung wieder.

Die aus den elastischen Geschwindigkeiten und der Probendichte abgeleiteten dynamischen elastischen Konstanten (hier nicht dargestellt) variieren nur innerhalb eines relativ kleinen Spektrums, was die Homogenität der Prüfkörper trotz unterschiedlicher TZF belegt.

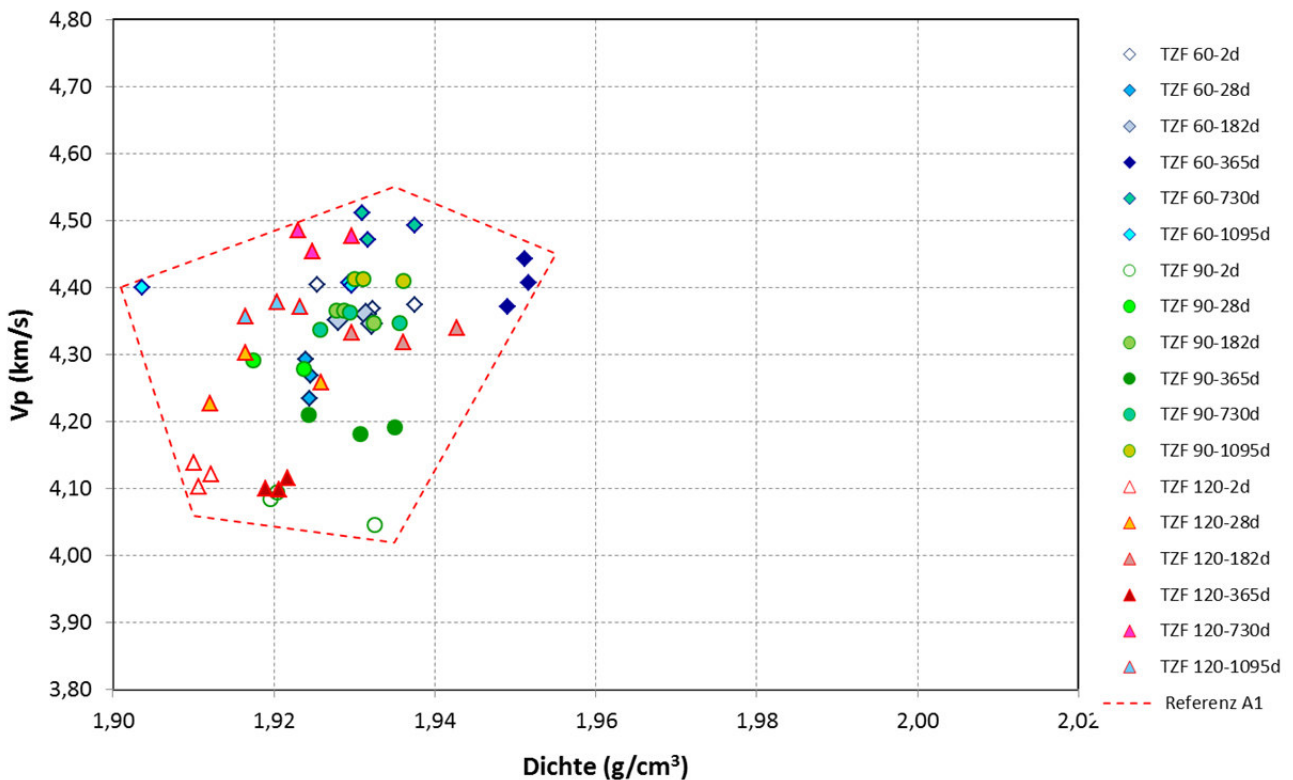



Abb. 34: Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probendichte (ESA-A1-Prüfkörper nach Beendigung des TZF)

Unter Berücksichtigung des Sachverhaltes, dass entsprechend der ausgewiesenen A1-Rezeptur in den Prüfkörpern nach dem Abbinden keine Porenlösung mehr vorhanden ist (mit Ausnahme der Proben, welche aus dem Zeitraum vor Abschluss der Sekundärkristallisation stammen, Abschnitt 5.1.1), lässt sich über den probenspezifischen Rohdichtewert ρ bei Kenntnis der Festsubstanz-Dichte (Reindichte ρ_{FS}) die Luftporosität der Proben (Gesamtporosität = Quotient aus Porenvolumen n und gesamten Probevolumen) einfach bestimmen.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 86 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Die Rohdichte einer Baustoffprobe hängt wie folgt von der Porosität bzw. dem Porenfluid ab:

$$\rho = (1 - n)\rho_{FS} + n \cdot \rho_p \quad \text{(Gleichung 3)}$$

mit: ρ probenspezifische Rohdichte [g/cm³]

n Porenvolumen [-]

ρ_{FS} Reindichte [g/cm³]

ρ_v gesamten Probevolumen [g/cm³]

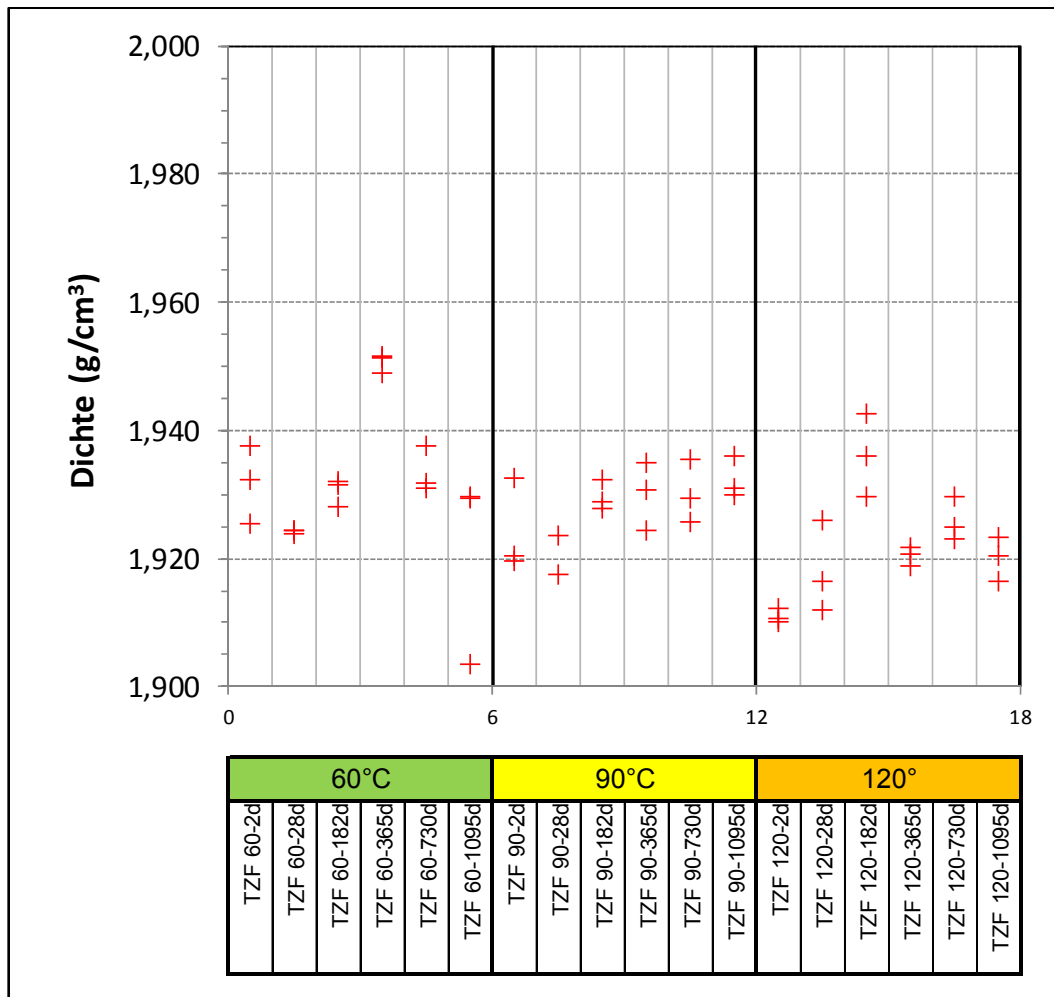



Abb. 35: Dichtevariation der A1-Proben innerhalb der drei TZF

Die Reindichte (ρ_{FS}) der Probekörper (67,3 Ma.% Steinsalzzuschlag + 36,7 Ma.% Bindemittelphase beträgt 2,06 g/cm³ (Abschnitt 5.1.2)¹⁰. Damit ergibt sich über die Suspensionsdichte der A1-

¹⁰ Dazu ist anzumerken, dass in (DBE 2008) unterschiedliche, unkommentierte Werte für die Reindichte von 2,15 g/cm³, 2,17 g/cm³ und 2,08 g/cm³ angegeben werden, die entsprechend der DIN 18124 als Pycnometerdichten

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG						Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1	
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 87 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Rezeptur von $1,938 \text{ g/cm}^3$ (Abschnitt 5.1.2) ohne Luftporenanteil gemäß (DBE 2008) beim Abbinden des Baustoffes eine Porosität von 5,83%.

Setzt man die hier für das vorhandene Probenspektrum bestimmten Rohdichten an, ergeben sich, wie in Abb. 36 dargestellt, Porositäten zwischen 5,3% und max. 7,6%, mit einem Medianwert von 6,4%. Der untere Grenzwert entspricht im Rahmen der Baustoffeschwankungen praktisch der vorher berechneten Porosität, die beim Abbinden des luftporenfreien Baustoffes entsteht (Abschnitt 5.1.2). Gleichzeitig wird über die Probendichte die in Abb. 36 dargestellte Bandbreite der Porosität auf Basis der Quecksilberdruckmessungen (MgO-Reaktivität 2) bestätigt.

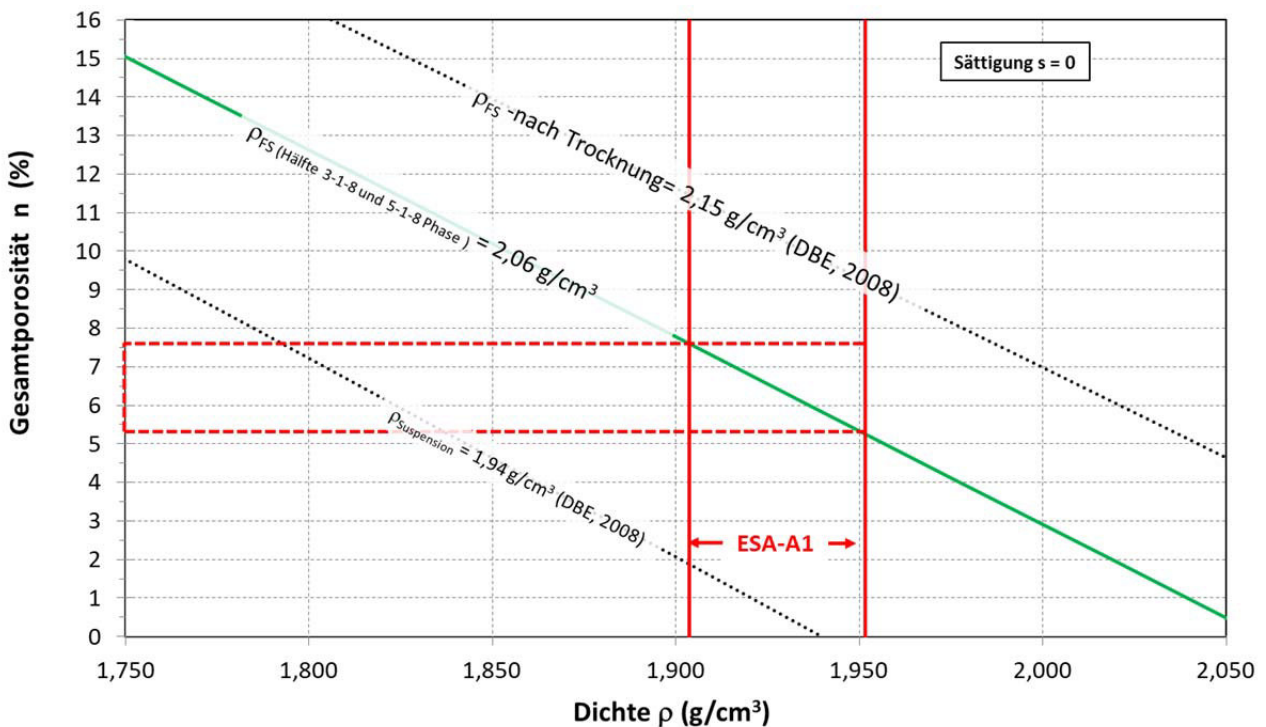



Abb. 36: Nomogramm zur Bestimmung der Gesamtporosität der A1-Proben auf Basis der spezifischen Probendichte. Dargestellt ist die aus der Dichtevariation der ESA-A1-Proben über die mittlere Feststoffdichte (50% 3-1-8 Phase und 50% 5-1-8 Phase) abgeleitete Spannweite der Gesamtporosität. Zusätzlich ist die Abhängigkeit der Luftporosität von der Suspensionsdichte bzw. für eine Feststoffdichte von $2,15 \text{ g/cm}^3$ nach Trocknung (mit Entwässerung der Bindemittelphase(n)) dargestellt

an konventionell getrocknetem Probenmaterial bestimmt wurden. Als Erklärung für die Unterschiede wird vermutet, dass als Folge der Trocknung bei 105°C die Bindemittelphasen anteilig entwässert wurden, was zu höheren Mineralkorndichten führt.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 88 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Gas-Permeabilität

Entsprechend der in Abschnitt 3.5.3 beschriebenen Methodik wurde der A1-Prüfkörper triaxial eingespannt und über die Endflächen vollflächig in axialer Richtung mit einem Gasdruck beaufschlagt, wobei die Gasdurchtrittsrates gemessen wird. Entsprechend des Darcy-Ansatzes hängt die untere Messauflösung von dem wirkenden Gasdruck bzw. der Empfindlichkeit der verwendeten Durchflussmessenrichtung (hier: 0,1 mL/min) ab.

Beispielhaft für das Probenverhalten ist in Abb. 37 ein Permeabilitätsversuch an der Probe TZF 120 d bis 182 d dargestellt.

Die Probe TZF 120 d bis 182 d ist mit 10 MPa quasi-isostatisch (Axialspannung $\sigma_1 = 10,5$ MPa, Radialspannung $\sigma_3 = 10$ MPa) belastet. Danach wird in Stufen ($p_i = 20$ bar, 40 bar und 80 bar) der Injektionsdruck erhöht und die Gasdurchtrittsrates gemessen. Die untere Messgrenze der Permeabilitätsmessung ist abhängig vom Gas-Vordruck und der Auflösung des Gasdurchfluss-Messgerätes (0,2 mL/min), womit sich in Abb. 37 die Kurve „Auflösung_Perm“ ergibt. Die vorliegende Probe zeigt bereits in der ersten Stufe einen Gasdurchtritt, der im unteren Bereich der Messauflösung liegt und bis zum Erreichen eines stationären Grenzwertes zeitlich zunimmt. Bei Erhöhung des Vordruckes nimmt die Gas-Durchtrittsrates proportional zu, wobei sich nach einer Druckerhöhung (Änderung der Strömungsrandbedingungen) zeitverzögert wieder ein stationärer Zustand einstellt. Hier ergibt sich eine stationäre Gas-Permeabilität von $k = 8,6 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$.

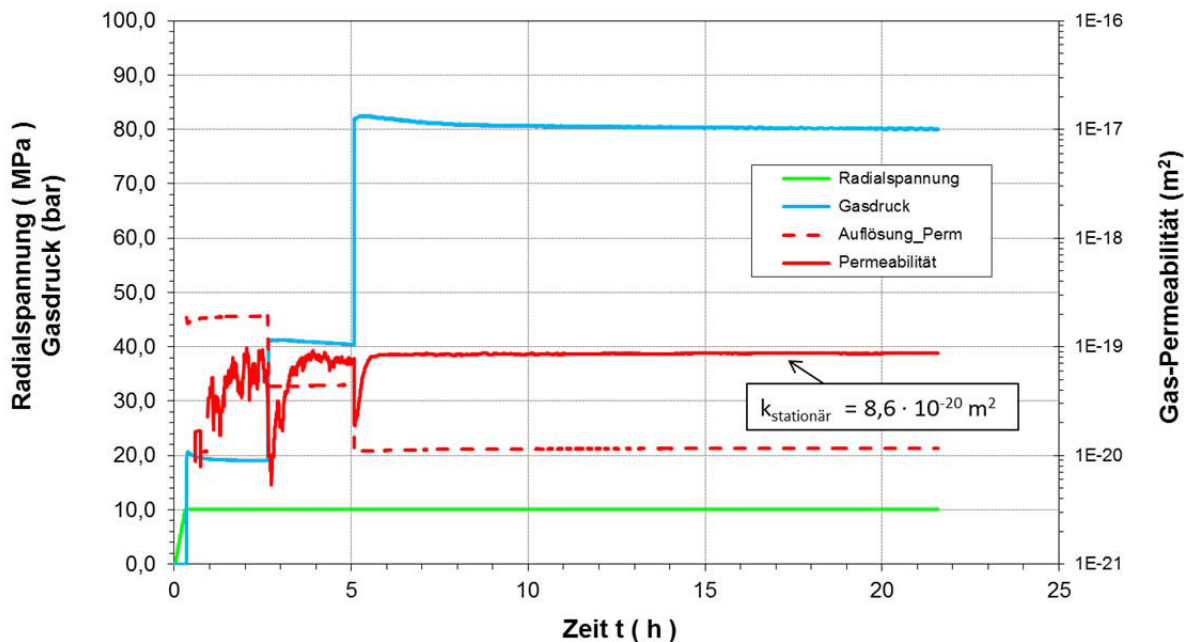



Abb. 37: Gas-Permeabilitätstest am Bsp. der Probe TZF 120-182d (enthält entspr. Abschnitt 5.1.1 keine Porenlösung mehr)


Die Ergebnisse der Permeabilitätstests an den Proben aus den drei TZF sind in Tab. 13 zusammengefasst bzw. in Abb. 38 grafisch dargestellt. Nur bei 7 Proben war es überhaupt möglich

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 89 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

einen Gasdurchgang zu messen. Für die Proben ohne Gasdurchgang kann für die Bewertung die untere Auflösungsgrenze der Permeabilitätsmessung herangezogen werden. Generell sind die so ermittelten Gaspermeabilitäten $<10^{-19} \text{ m}^2$, mit einer Ausnahme für die Probe TZF 60-28d, für welche ein Wert von $k = 4,6 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ ermittelt wurde. Die Probendichte von $1,924 \text{ g/cm}^3$ liegt im mittleren Bereich, so dass es keine unmittelbare Erklärung für diese vergleichsweise hohe Permeabilität gibt.

Tab. 13: Gas-Permeabilitätskennwerte für die A1-Proben aus den drei TZF

Proben	Permeabilität für stationären Gasdurchtritt in m^2	Nominelle untere Auflösungsgrenze der Permeabilität für die Gasdruckbeaufschlagung in m^2
TZF 60-2d	-	$2,0 \cdot 10^{-19}$
TZF 60-28d	$4,6 \cdot 10^{-19}$	$4,0 \cdot 10^{-19}$
TZF 60-182d	-	$1,2 \cdot 10^{-20}$
TZF 60-365d	$6,0 \cdot 10^{-20}$	$1,0 \cdot 10^{-20}$
TZF 60-730d	-	$1,7 \cdot 10^{-20}$
TZF 60-1095d	$5,8 \cdot 10^{-20}$	$1,1 \cdot 10^{-20}$
TZF 90-2d	-	$9,0 \cdot 10^{-21}$
TZF 90-28d	-	$2,5 \cdot 10^{-19}$
TZF 90-182d	-	$1,0 \cdot 10^{-20}$
TZF 90-365d	$7,8 \cdot 10^{-20}$	$1,0 \cdot 10^{-20}$
TZF 90-730d	-	$2,0 \cdot 10^{-20}$
TZF 90-1095d	-	$1,0 \cdot 10^{-20}$
TZF 120-2d	$2,8 \cdot 10^{-20}$	$1,1 \cdot 10^{-20}$
TZF 120-28d	-	$2,7 \cdot 10^{-19}$
TZF 120-182d	$8,7 \cdot 10^{-20}$	$1,2 \cdot 10^{-20}$
TZF 120-365d	$8,1 \cdot 10^{-20}$	$1,1 \cdot 10^{-20}$
TZF 120-730d	-	$1,7 \cdot 10^{-20}$
TZF 120-1095d	-	$1,1 \cdot 10^{-20}$

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG						Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1	
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 90 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

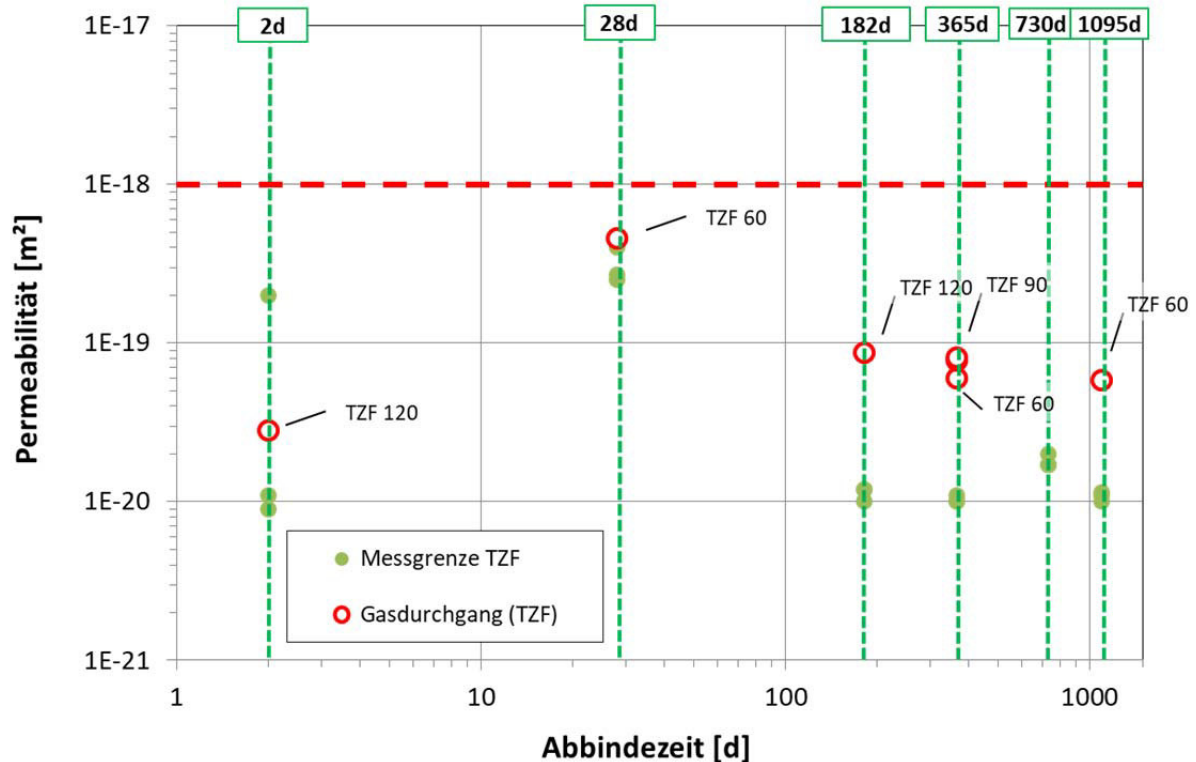


Abb. 38: Gas-Permeabilitäten der A1-Baustoffproben aus den drei TZF in Relation zu den theoretischen unteren Messgrenzen (aufgrund der jeweiligen Strömungsrandbedingungen für jeden Versuch). Die individuellen Ergebnisse der Proben mit Gasdurchgang sind in Tab. 13 aufgeführt. Die gestrichelte Linie entspricht der Anforderung $k = 10^{-18} \text{ m}^2$ (s. Abschnitt 3.1).


5.1.4 Geomechanische Probencharakterisierung

Die Messergebnisse der Einzelprüfkörper sind für Untersuchungsfeld 1 in Anhang 4 (Anhang 4.1 bis Anhang 4.18) als Sammeldarstellungen zu den in Abschnitt 4.2.4 genannten 4 Untersuchungsschwerpunkten zusammengefasst.

Triaxiale isotrope Druckversuche – isostatisches Kompaktionsverhalten

Zielstellung ist die Untersuchung des Belastungs- und zeitabhängigen Setzungsverhaltens der Baustoffproben. Dafür werden die Proben mit zyklischen Belastungsschleifen unter isotropen Spannungsbedingungen ($\sigma_1 = \sigma_3$) bis 15 MPa belastet, wobei die axiale Längenänderung als Maß der Konsolidierung gemessen wird. Die Ergebnisse der Setzungslinien für die Proben aus den drei TZF sind in Abb. 39 jeweils für die zwei Belastungsregimes (schnell bzw. langsam) dargestellt.

Als prinzipielles Spannungs-Verformungsverhalten kompaktieren alle Proben mit zunehmender hydrostatischer Einspannung, jedoch unterschiedlich stark, und die Volumenverformungen wachsen bei zyklischer Wiederholung der Belastungsschleifen an. Durch die Kompaktion wird der

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 91 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Porenraum reduziert und der wirkende Kompaktions- bzw. Ausbauwiderstand erhöht sich, was sich in einer Zunahme des Anstiegs der Spannungs-Verformungskurven mit steigender Spannung äußert¹¹. Bei Proben mit höheren Verformungsraten, speziell bei „langsamer“ Belastungsrate, handelt es sich um Baustoffzustände, in welchen sich das Gefüge noch im Primärphasenzustand inklusive noch vorhandener Porenlösung befindet (TZF 120-2d), oder vollständig abgebundenem Baustoffgefüge, welches ausschließlich aus 3-1-8 Bindemittelphase besteht (TZF 120-182d).

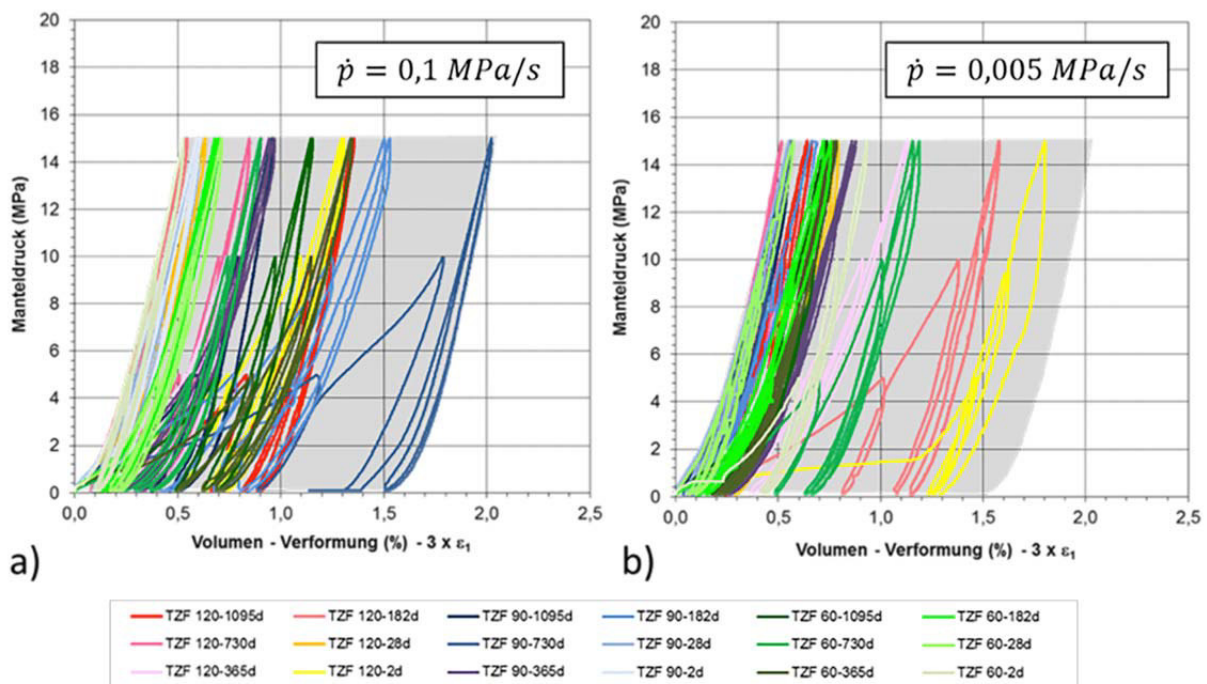


Abb. 39: Isotrope Kompaktion von A1-Proben aus den drei TZF: Spannungs-Verformungskurven (a) bei „schneller“ ($\dot{p} = 0,1 \text{ MPa/s}$) bzw. (b) bei „langsamer“ Belastung ($\dot{p} = 0,005 \text{ MPa/s}$)

Insgesamt ergibt sich ein Variationsfeld (Abb. 39), das in der höchsten Stufe ($\sigma_1 = \sigma_3 = 15 \text{ MPa}$) bis zu einer Volumenverformung von 2% reicht, wobei nach Entlastung ca. 1,5 Vol.% erhalten bleiben. Damit wird dokumentiert, dass sich die Gesamtverformungen aus elastischen und plastischen, d.h. zumindest teilweise bleibenden Verformungen zusammensetzen.

Vor dem Hintergrund eines zeitabhängigen Kompaktionskriechens sollte grundsätzlich der Ausbauwiderstand für den A1-Baustoff bei hoher Belastungsgeschwindigkeit (z.B. bei dem hier realisierten kurzzeitigen Belastungsversuch im Labor) größer als bei geringer Belastungsgeschwindigkeit (z.B. Barriere in-situ) sein. Qualitativ sollte diese Tatsache durch eine Verschiebung der Volumenverformungsschleifen zu höheren Verformungen bei langsamer

¹¹ Es ist anzumerken, dass aus den so bestimmten Belastungskurven, keine unmittelbar in-situ relevanten Verformungsmodule, wie sie als Eingangsgrößen für numerische Modellierungen benötigt werden, bestimmt werden können, da bei den vergleichsweise schnellen Versuchen häufig zu hohe Steifigkeiten ermittelt werden. Deshalb führt das IfG in anderen Vorhaben (z.B. Charakterisierung der Eigenschaften von A1 für Strömungsbarrieren auf der Schachtanlage Asse II) zusätzlich noch isostatische Kriechversuche durch, auf deren Basis ein sogenannter Ersatzkompaktionsmodul abgeleitet wird.

Belastung dokumentiert sein. Dieser Effekt ist für die vorliegenden Versuche praktisch nicht erkennbar, da er offenbar nur klein ist und durch die vorhandenen lithologischen Materialunterschiede (z.B. Streuung in der Porosität sowie des Luftporengehalts) überlagert wird. Dies weist darauf hin, dass die Eignung der hier eingesetzten Methodik „Isotroper Kompaktionsversuche“ zur Auflösung entsprechender Effekte begrenzt ist und für die Bewertung des Kompaktionskriechens isostatische Kriechversuche erforderlich sind. Unabhängig davon dokumentieren die Ergebnisse eine nur geringe Streuung der einzelnen Proben.

Triaxiales Festigkeitsverhalten

Die Bestimmung der Druckfestigkeiten erfolgte in Mehrstufenversuchstechnik ohne Dilatanzmessung, entsprechend der in Abschnitt 4.2.4 beschriebenen Herangehensweise.

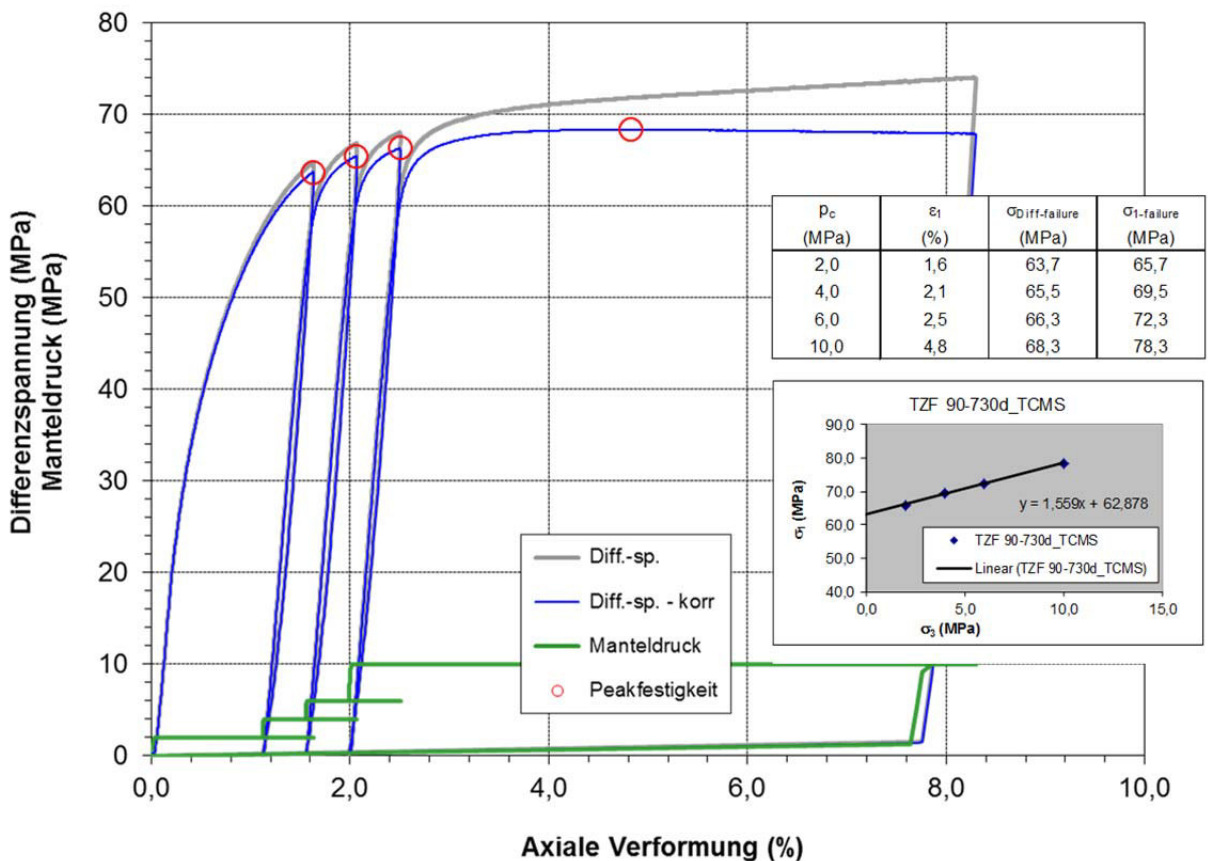



Abb. 40: Festigkeits- und Verformungsverhalten im Mehrstufenversuch (TZF 90-730d): großes Diagramm: Spannungs-Verformungskurve σ_{Diff} vs. σ_{Ax} . Inset: Geomechanische Kennwerte aus den vier Belastungsstufen sowie das daraus abgeleitete MOHR-COULOMB-Diagramm

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 93 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Beispielhaft für eine Probe (TZF 90-730d) ist in Abb. 40 ein Mehrstufen-Festigkeitsversuch dokumentiert. In Stufen von $\sigma_3 = 2$ MPa, 4 MPa, 6 MPa und 10 MPa wurde jeweils die Spitzenfestigkeit bestimmt, wobei sich über die Darstellung der vorliegenden Spitzenfestigkeitsmesswerte im MOHR-COULOMB-Diagramm (σ_{1Peak} vs. σ_3) die probenspezifischen Festigkeitsparameter Kohäsion c und der Reibungswinkel ϕ ergeben.

Die erhaltenen MOHR-COULOMB-Geraden für alle Proben aus den drei TZF sind in Abb. 41 dargestellt. Es zeigt sich, dass alle Kennwerte in einem Streubereich liegen, der für die aus den MOHR-COULOMB-Kurven extrapolierten einaxialen Festigkeiten ($\sigma_{1max-uniaxial}$ (extrapoliert)) zwischen 42 MPa und 67 MPa variiert. Darauf bezogen zeigen die Proben im Detail aus dem TZF 60 mittlere Festigkeiten, aus dem TZF 90 höhere Festigkeiten (oberer Streubereich) und aus dem TZF 120 relativ niedrigere Festigkeiten (unterer Streubereich). Ein Anteil an 5-1-8 Bindemittelphase, wie im Fall der A1-Proben aus TZF 90 (Abschnitt 5.1.1), wirkt offensichtlich festigkeitserhöhend. Die TZF 60-Proben enthalten nur wenige Prozent an 5-1-8 Phase und die TZF 120-Proben bestehen ausschließlich aus 3-1-8 Bindemittelphase. Ein Trend in Abhängigkeit von der Abbinde temperatur ist nicht zu erkennen.

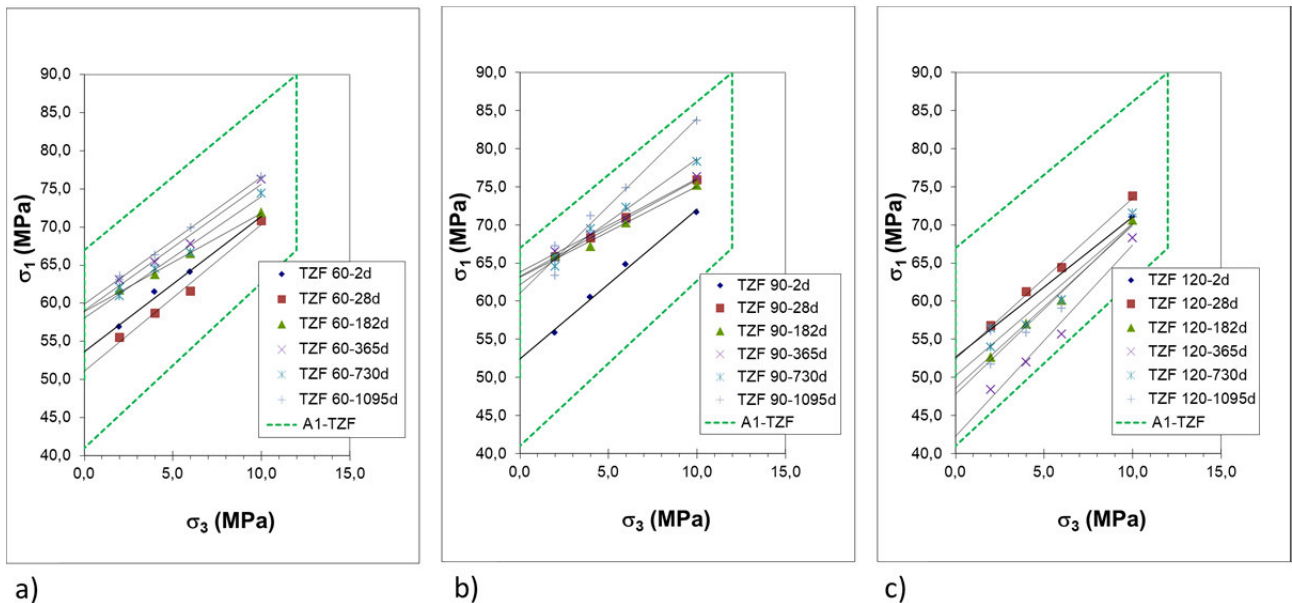



Abb. 41: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramme für a) TZF 60, b) TZF 90 und c) TZF 120. Das Referenzfeld aller A1-TZF-Proben (trocken sowie nach Anströmung (Abschnitt 5.2)) entspricht der grünen Umrandung

Relaxationsverhalten

Der signifikante plastische Verformungsanteil der isostatischen Kompaktionsversuche, insbesondere bei längerer Standzeit weist darauf hin, dass neben belastungsabhängigen Effekten der A1-Baustoff auch zeitabhängig kompaktiert (kriecht). Zur Quantifizierung bzw. für den Vergleich dieser Prozesse werden hier Relaxationstests unter anfänglich hoher deviatorischer Belastung (80% der

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 94 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Bruchfestigkeit) durchgeführt. Wie bereits in Abschnitt 3.5.2 ausgeführt, dienen die hier durchgeführten Relaxationstests ausschließlich dem Vergleich zeitabhängiger Verformungseigenschaften im „Kurzzeitversuch“, wobei aus den ermittelten Relaxationskurven keine Quantifizierung des Kriechverhaltens eines Absperrbauwerkes möglich ist.

Zur Bewertung des von der Verformungsrate abhängigen Beanspruchungszustandes sind in Abb. 42 die entsprechend transformierten Messkurven, d.h. der nach der oben beschriebenen Vorgehensweise abgeleitete Tragwiderstand vs. Verformungsrate dargestellt.

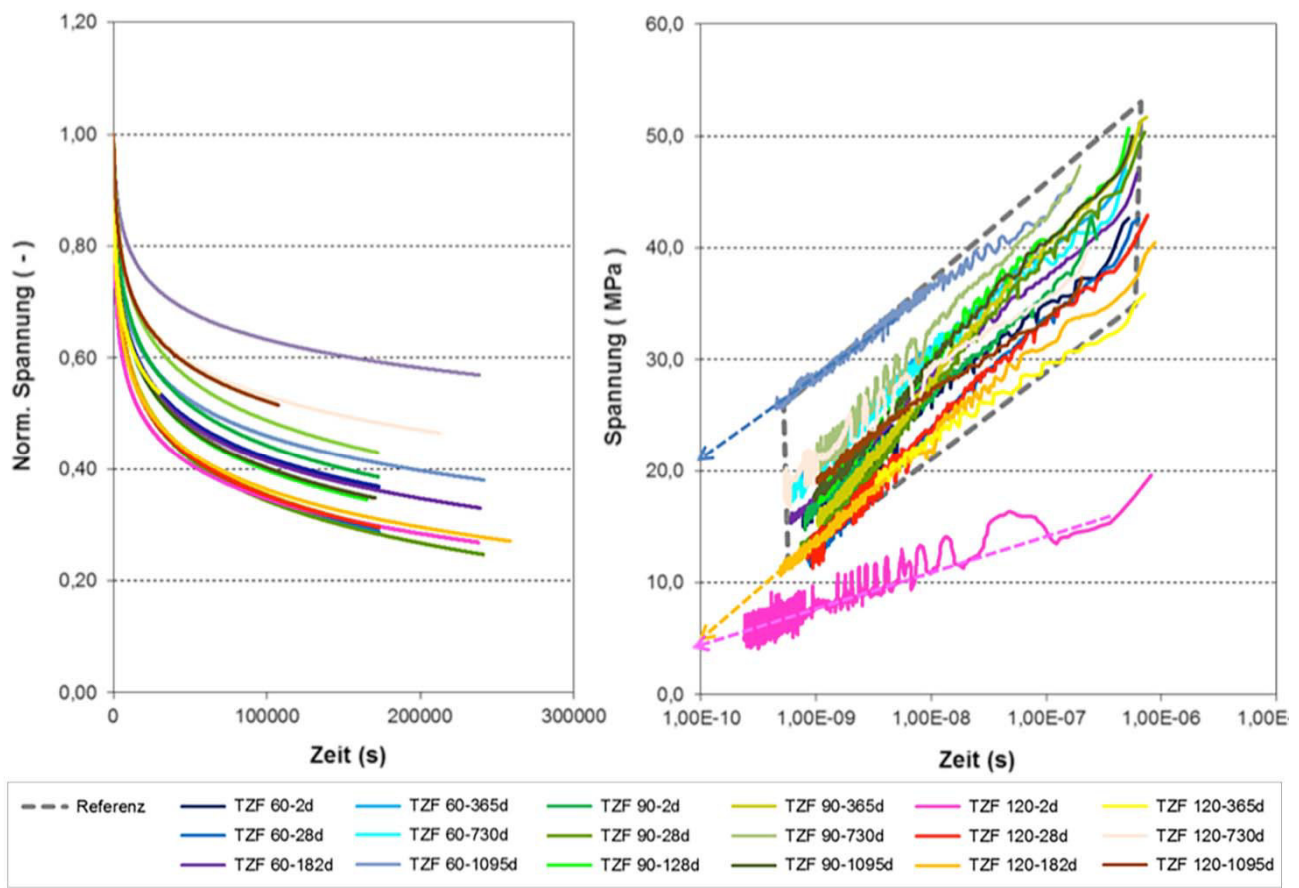



Abb. 42: Relaxationsverhalten der A1-TZF-Proben; a) Spannungsabfall (normiert auf Startwert) vs. Zeit; b) Transformierter Spannungsverlauf vs. log Kriechrate. Für den Vergleich mit Untersuchungsfeld 2 ist der Variationsbereich (ohne TZF 120-2d) gekennzeichnet

Der Vergleich der Messkurven in Abb. 42 zeigt einen exponentiellen Spannungsabfall, der innerhalb des Versuchszeitraums von >2 d (Zeit im TZF) zwischen ca. 20% bis 45% der normierten Spannung liegt. Unter Berücksichtigung der Eigenverformung des geomechanischen Prüfsystems ergeben sich über die Kurventransformation in der halblogarithmischen Darstellung (s vs. $\log \dot{\epsilon}_{\text{transf.}}$) annähernd Versuchsgeraden, die sich auf eine Restspannung unter in-situ relevanten Belastungsraten (hier: $\dot{\epsilon} = 10^{-10}$ 1/s) extrapolieren lassen.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 95 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Die extrapolierten Spannungen liegen in einem Bereich <22 MPa bis ca. 5 MPa. Eine Ausnahme im Relaxationsverhalten bildet die Probe TZF 120-2d (porenlösungshaltiger Primärgefügestand = relativ „weicher“ Zustand, Abschnitt 5.1.1), deren Ausgangsfestigkeit mit ca. 20 MPa deutlich niedriger liegt (entsprechend der vorab bestimmten geringeren Festigkeit) und die entsprechend schwächer relaxiert, womit der Endwert bei ca. 5 MPa liegt.

5.2 BAUSTOFFVERHALTEN BEI SEKUNDÄREN LÖSUNGSZUTRITT

5.2.1 Lösungspemeabilität und Druckverhalten

Anströmversuch / Lösungspemeabilität

Die A1-Probekörper wurden in unterschiedlichen Abbindezuständen den drei TZF entnommen (Beprobungsplan Abschnitt 3.6.4) und mit $MgCl_2$ -Lösung (Anmischlösung) unter Druckregime angeströmt. Die Ergebnisse der Injektionstests sind für jede einzelne Probe als grafische Übersichtsdarstellung in Anhang 5 (Anhang 5.1 bis Anhang 5.18) abgebildet. Die Belastungsbedingungen (Injektionsdruck, Haltezeiten in unterschiedlichen Versuchsphasen) und eine Klassifikation des Druckregimes (Restdruck nach Entlastung) sowie die aus den gemessenen Injektionsraten abgeleiteten Anströmpermeabilitäten nach Versuchsende sind in Tab. 14 zusammengefasst. Im Detail sind die für die Diskussion der Phasenentwicklung relevanten injizierten Fluidmengen in Tab. 15 angegeben.

Exemplarisch sind in Abb. 43 die Ergebnisse des Injektionsversuchs (Lösungsdruckbeaufschlagung) an der Probe TZF 120-2d-LZ-657d dargestellt. Der Versuchsablauf gliedert sich in 3 Phasen:

- Bestimmung der Anströmpermeabilität unter stufenweiser Fluidruckerhöhung (Phase 1),
- Messung des verbleibenden Druckes in axialer Richtung nach Druckentlastung (Phase 2),
- Wiederbelastung (Phase 3).

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 96 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

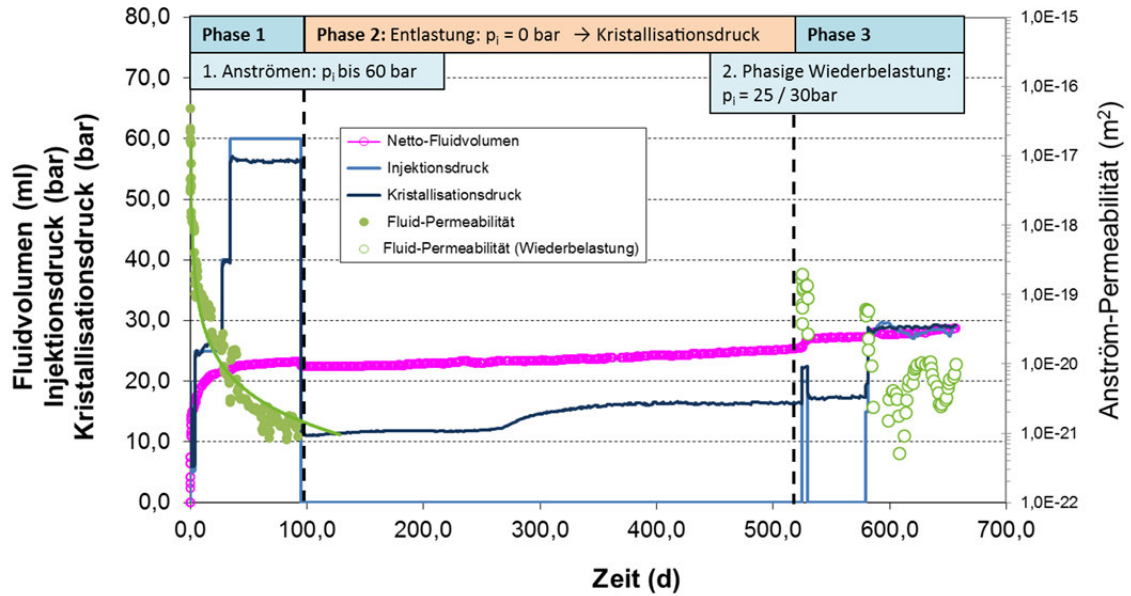



Abb. 43: Injektionsversuch an der Probe TZF 120-2d-LZ-657d

Tab. 14: Injektionstests der A1-Proben aus den drei TZF mit Darstellung der Versuchsbedingungen der Phasen 1 bis 3 sowie der Klassifikation des verbleibenden Druckregimes in Phase 2 sowie den finalen Anströmpermeabilitäten

Probe / Versuch	Phase 1												Phase 2			Phase 3				Anström-Perm. (k _i)
	Stufenweise-Anströmung (Erhöhung p _i)												Entlastung [d]	Kristall-Druck (nach Entlastung) [bar]	Verbleibendes Druckregime (zeitliche Entwicklung)	Widerbelastung Anströmung (Erhöhung p _i)				
	1. Stufe [bar]	[d]	2. Stufe [bar]	[d]	3. Stufe [bar]	[d]	4. Stufe [bar]	[d]	5. Stufe [bar]	[d]	6. Stufe [bar]	[d]				[d]	[bar]	1. Stufe [bar]	[d]	2. Stufe [bar]
TZF 60																				
TZF 60-2d-LZ-587d	5	25	32	87	-	-	-	-	-	-	-	-	404	8,00	steigend - konstant	18	41	28	30	2,0E-21
TZF 60-28d-LZ-667d	4	11	6	88	20	109	40	126	-	-	-	-	244	25,40	konstant	15	57	28	30	7,4E-21
TZF 60-182d-LZ-865d	3	46	6	107	20	98	40	152	-	-	-	-	462	11,48	fallend - steigend	-	-	-	-	1,6E-21
TZF 60-365d-LZ-852d	3	40	6	44	20	69	40	133	-	-	-	-	566	5,10	konstant - steigend	-	-	-	-	2,2E-21
TZF 60-730d-LZ-691d	3	40	6	42	12	30	20	55	40	100	-	-	424	15,97	fallend - konstant	-	-	-	-	8,0E-21
TZF 60-1095d-LZ-577d	3	29	6	57	10	89	20	120	30	55	40	146	81	1,40	steigend	-	-	-	-	3,9E-21
TZF 90																				
TZF 90-2d-LZ-1095d	1	5	20	36	40	112	-	-	-	-	-	-	942	23,73	steigend - fall. - steigend	-	-	-	-	1,6E-21
TZF 90-28d-LZ-587d	5	12	20	71	60	138	-	-	-	-	-	-	295	16,99	fallend	20	41	30	30	5,4E-22
TZF 90-182d-LZ-582d	3	42	6	48	20	57	-	-	-	-	-	-	435	28,98	konstant - steigend	-	-	-	-	1,3E-20
TZF 90-365d-LZ-859d	3	40	6	51	20	69	40	133	-	-	-	-	566	5,47	konstant	-	-	-	-	3,2E-21
TZF 90-730d-LZ-722d	3	36	6	77	10	30	20	55	40	104	-	-	420	2,95	konstant	-	-	-	-	2,3E-21
TZF 90-1095d-LZ-577d	3	29	6	57	10	89	20	120	30	55	40	146	81	5,50	konstant	-	-	-	-	1,4E-21
TZF 120																				
TZF 120-2d-LZ-657d	5	3	25	23	40	7	60	61	-	-	-	-	485	16,30	konstant - steigend - konstant	15	2	28	75	1,3E-21
TZF 120-28d-LZ-715d	3	6	5	7	20	243	40	122	60	63	-	-	187	28,60	fallend	16	57	30	30	5,7E-21
TZF 120-182d-LZ-615d	3	42	6	48	0	14	20	93	40	98	-	-	246	37,54	fallend	11	32	20	42	1,2E-20
TZF 120-365d-LZ-866d	3	47	6	52	20	111	40	90	-	-	-	-	566	21,44	steigend - konstant	-	-	-	-	6,6E-21
TZF 120-730d-LZ-722d	3	36	6	77	20	55	40	104	-	-	-	-	420	16,07	steigend	-	-	-	-	3,5E-21
TZF 120-1095d-LZ-577d	3	29	6	57	10	89	20	120	30	55	40	146	81	5,90	fallend - konstant	-	-	-	-	7,4E-21

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 98 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

In Phase 1 (Anströmung und Permeabilitätsbestimmung) wird die Probezelle entsprechend der in Abschnitt 3.5.3 dargestellten Methodik mit einem definierten Fluiddruck (p_i) von oben angeströmt und die injizierte Fluidmenge gemessen. Diese geht mit der Zeit sehr schnell zurück, was ausgehend vom Startwert mit einer Permeabilität von anfänglich 10^{-16} m^2 zu einer entsprechenden Durchlässigkeitsabnahme¹² führt. Bei vier Proben (TZF 120-2d, TZF 60-28d, TZF 90-365d und TZF 120-1095d) kam es in Phase 1 zu einem Lösungsdurchtritt infolge einer Umläufigkeit entlang der Mantelflächen, die innerhalb der ersten drei Tage deutlich zurückging. Dieser Mechanismus wird hier als Selbstabdichtung beschrieben (s. Abschnitt 6.2.2).

Um die Fluidinjektionsrate auf einem messbaren Niveau zu halten (ca. 0,1 mL/Tag) musste der Druck¹³ stufenweise erhöht werden. Dabei ergibt sich anfänglich ein temporär erhöhter Fluideintrag (bzw. ein scheinbarer Permeabilitätsanstieg, aufgrund der elastischen Aufweitung des angeströmten Porenraums), der danach wieder abnimmt. Bei längerer Standzeit mit konstanter Druckbelastung zeigt sich ein quasi-stationärer Anströmwiderstand, der durch einen Abschnitt annähernd konstanter bzw. teilweise noch abnehmender Permeabilität gekennzeichnet ist. Die am Ende von Phase 1 resultierende Anströmpermeabilität ist deutlich niedriger als 10^{-20} m^2 .

In Phase 2 (Bestimmung des verbleibenden Druckes) wurde die Probe nach Abnahme der Injektionsrate bei $p_i \geq 40$ bar in die Größenordnung der Messauflösung (ca. 0,01 mL/Tag) entlastet und der verbleibende axiale Zelldruck gemessen. Dieser liegt anfänglich bei ca. 11 bar und nimmt im weiteren zeitlichen Verlauf (Haltezeit, hier: ca. 400 Tage) ungleichmäßig bis auf ca. 16,4 bar zu.


In der abschließenden Phase 3 wurde die Probe erneut in zwei Stufen mit Lösung druckbeaufschlagt, wobei die gemessenen Injektionsraten nur sehr klein waren. Daraus resultiert analog zum Endzustand in Phase 1 eine Anströmpermeabilität niedriger als 10^{-20} m^2 . Ein Lösungsdurchtritt wurde im Rahmen der Messzeit von 657 Tagen nicht erreicht.

Ein qualitativ ähnliches Verhalten mit Permeabilitätsabnahme wurde für alle Proben beobachtet. In Abb. 44 sind die Anströmpermeabilitäten aller Proben aus den drei TZF dargestellt. Es zeigt sich ein breites Band (ca. 2 Größenordnungen) einer Permeabilitätsabnahme, in welchen alle Proben unabhängig vom TZF liegen.

Im Detail ist jedoch zu erkennen, dass die Proben, deren Gefüge ausschließlich durch die 3-1-8 Bindemittelphase aufgebaut ist (TZF 120-Proben), im oberen Bereich liegen. Eine Ausnahme bildet die TZF 120-2d-Probe, welche mit ihrem besonders reaktiven Primärgefügezustand ein hohes Reaktionspotential mit der zutretenden Lösung aufweist, dass sich im schnellen Permeabilitätsabfall in Richtung $<10^{-20} \text{ m}^2$ äußert. Die Proben mit ca. hälftigen Anteil an 5-1-8 Phase (TZF 90-Proben) liegen in ihrer zeitlichen Entwicklung im Bereich der niedrigeren

¹² Im Gegensatz zum üblichen Darcy-Versuch (Abschnitt 3.5.3) wird als Indikator für die Probendurchlässigkeit die Anströmpermeabilität bestimmt. Sie bezieht sich auf die nominelle Probenlänge von 100 mm und ergibt sich aus der stationären Aufsättigung des zugänglichen Porenraums und ist somit eine Vereinfachung.

¹³ Der Fluiddruck wird unmittelbar über ein Manometer am Druckerzeuger bzw. indirekt über die Kraftmessdose im Axialstempel gemessen. Der über die Kraftmessdose bestimmte Druck ist wegen der Reibung des oberen Druckstempels und wegen der teilweisen Aufsättigung der Sinterscheibe mit Baustoff im Vergleich zum Injektionsdruck etwas niedriger.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 99 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Permeabilitäten, da diese mit anteiliger 5-1-8 Phase das höchste Potential bei Lösungskontakt besitzen, um Lösungswegsamkeiten zu verschließen. Die TZF 60-Proben mit minimalem 5-1-8 Phasenanteil (im 1 Ma.-%-Bereich) sind über das gesamte Permeabilitätsband verteilt. Nach einer Anströmzeit von >500 Tagen nähern sich die Permeabilitätswerte an und liegen alle niedriger als 10^{-20} m^2 (Tab. 14). Mit diesem Ergebnis wird die hohe Dichtheit des A1-Baustoffes im Rahmen der technologisch verarbeitbaren Rezepturschwankung sowie für den im Frühstadium noch abbindenden Baustoff als auch nach vollständig abgeschlossener Abbindereaktion gegenüber MgCl_2 -haltiger Lösung im Rahmen dieser Langzeitversuche nachgewiesen.

Es konnte nur bei einer Probe eine Durchströmung mit einem stationären Lösungsdurchtritt ($\dot{q}_{in} = \dot{q}_{out}$) beobachtet werden (TZF 120-1095d-LZ-667d). Dabei zeigt sich, dass die als stationäre Permeabilität (aus Inflow- = Outflow-Messungen) mit den zuvor nur über den Lösungszutritt abgeschätzten „scheinbaren“ Permeabilitäten übereinstimmen. Damit wird der in Abschnitt 3.5.3 vorgestellte Ansatz (Ableitung einer Anströmpermeabilität unter Annahme eines Lösungsdurchtritts über die gesamte Probe) als Parameter für die Bewertung der hydraulischen Probeneigenschaften als ausreichend zuverlässig belegt.

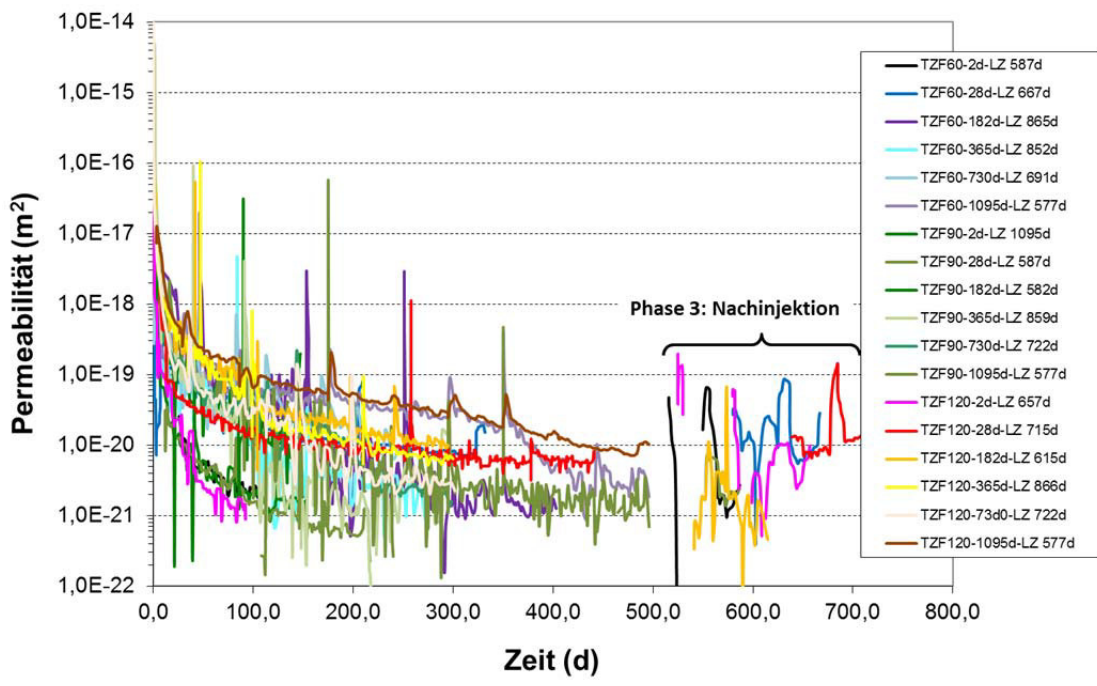



Abb. 44: Anströmpermeabilität im zeitlichen Verlauf für die A1-Proben aus den drei TZF (Phase 1 und teilweise Phase 3)

Restdruck nach Entlastung

Die in Phase 2 als Folge der Anströmung (mit zumindest teilweiser Aufsättigung) nach Fluidruckentlastung verbliebenen Drücke erscheinen für die einzelnen Proben innerhalb der bis zu 500 Tagen andauernden Haltezeit unterschiedlich (Abb. 45).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 100 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Nach der Fluiddruckentlastung (drainierte Bedingungen) kommt es zunächst bei einigen Proben aus TZF 60 und TZF 120 zu einem Rückfließen injizierter Lösung (Tab. 15) (elastische Rückdehnung der hydraulisch aufgeweiteten Fließwege), womit gleichzeitig der Zellendruck abnimmt. Nach spätestens 200 Tagen stabilisieren sich die verbleibenden Drücke und liegen im Einzelnen minimal bei ca. 1,5 bar (TZF 60-1095d) und maximal bei ca. 37,5 bar (TZF 120-182d). Insgesamt zeigt sich damit im Rahmen des Untersuchungszeitraumes, dass im stationären Zustand (kein Auspressen von Lösung mehr) für alle Proben ein Druck mindestens konstant und größer 1 bar verblieben ist (Tab. 14).

Teilweise nehmen die Proben nach der Druckentlastung noch Lösung auf (Tab. 15), was bei mehreren Proben (z.B. TZF 120-2d, TZF 90-2d, TZF 90-182d) noch zu einem diskontinuierlichen Druckanstieg führte. Dieser Effekt ist sowohl als Folge kapillarer Saugspannung auf eine weitere Sättigung des bis zu diesem Zeitpunkt von Lösung noch nicht erreichten Porenraums zurückzuführen bzw. ergibt sich insbesondere im Fall der TZF 90-Proben auch durch den Verbrauch eindringender Lösung, der durch die 5-1-8 in 3-1-8 Phasenumwandlung hervorgerufen wird (Abschnitt 5.2.2). Speziell für die Probe TZF 90-2d setzt sich der Trend einer Druckzunahme von anfänglich ca. 16 bar über die Beobachtungszeit von ca. 900 d bis auf 23 bar fort.

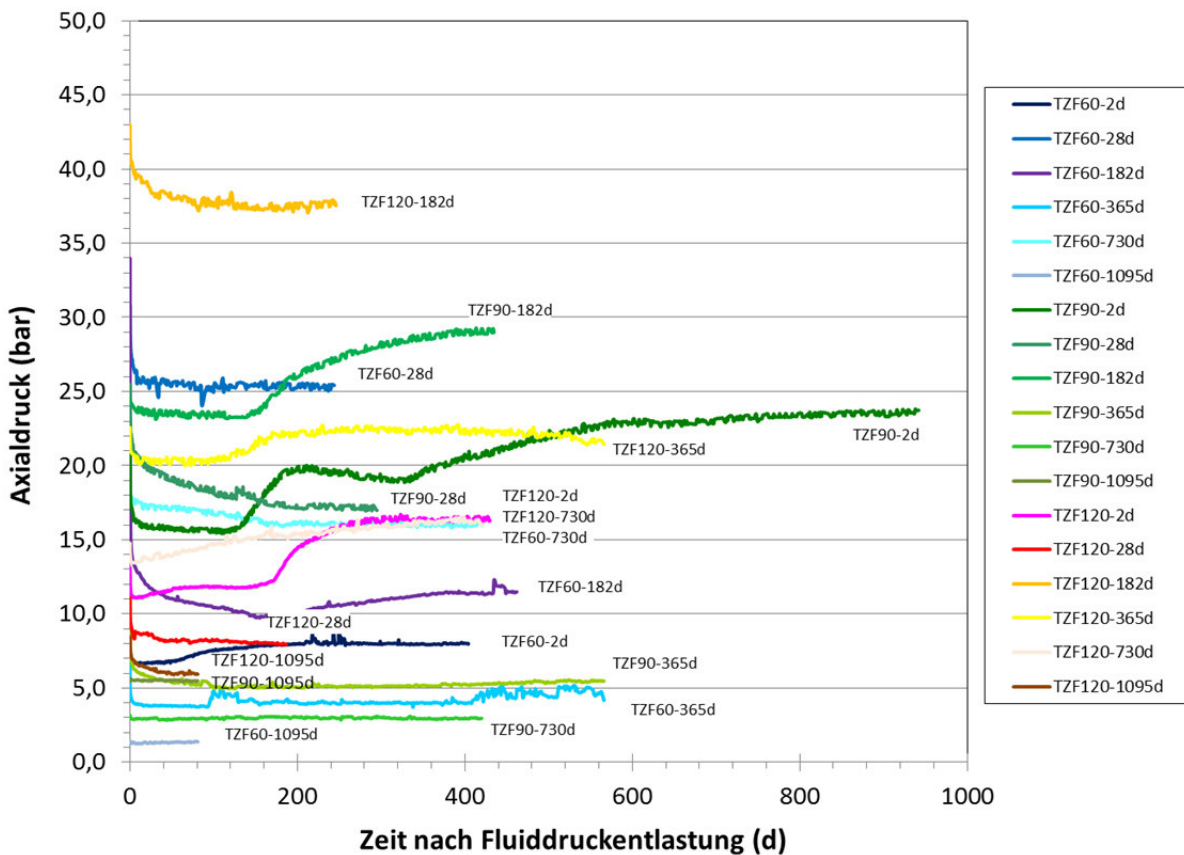



Abb. 45: Zeitliche Entwicklung des Zellendruckes (axiale Richtung) für alle A1-Proben aus den drei TZF während Phase 2 (Entlastungs-Haltezeit nach Lösungsdruckbeaufschlagung)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 101 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

5.2.2 Porenraumsättigung und Phasenbestand nach Lösungszutritt

Die Volumina der abgebundenen Probekörper lagen im Bereich von 730 mL ± 30 mL (aus Daten nach Befüllung der Zellen, abzüglich eines möglichen Verlustvolumens an Baustoffsuspension bzw. Überschusslösung in Filterscheiben und Lösungsanschlussleitung der Zelle von max. 10 mL). Damit besitzen die Probekörper, ausgehend von einer Porosität von 7% ± 3% und bezogen auf das Probekörpervolumen von ca. 730 mL anfangs einen offenen (lösungszugänglichen = effektiven) Porenraum von 50 cm³ ± ca. 25 cm³ (mL) bzw. ab einem Probealter von 200 Tagen mit einer Porosität von 6% ± 2% (s. Abschnitt 5.1.2) einen offenen Porenraum von 44 cm³ ± 16 cm³ (mL).

Mit einer Lösungskontaktzeit (unter Druckregime) von wenigstens 20 Monaten oder mehr sind unabhängig vom TZF und Probenalter zwischen 3 mL und ca. 50 mL Lösung in die Probekörper eingedrungen (Tab. 15 und als Lösungsbilanz ($q_{in} - q_{out}$) in Abb. 46 dargestellt). Mit der höchsten Lösungsmenge wurde somit eine vollständige Lösungserfüllung des Porenraums (Sättigung) erreicht, jedoch nur für die am längsten (3 Jahre) im TZF 120 abgebundene Probe (TZF 120-1095d-LZ-577d). Mit den geringsten Werten (6,5 mL bis 11,8 mL) liegt die Sättigung bei etwa 15% bis 27%. Für die meisten Proben wurde mit 17 mL bis 36 mL Lösungsaufnahme eine Sättigung des Porenraums zwischen 45% und 70% erreicht.

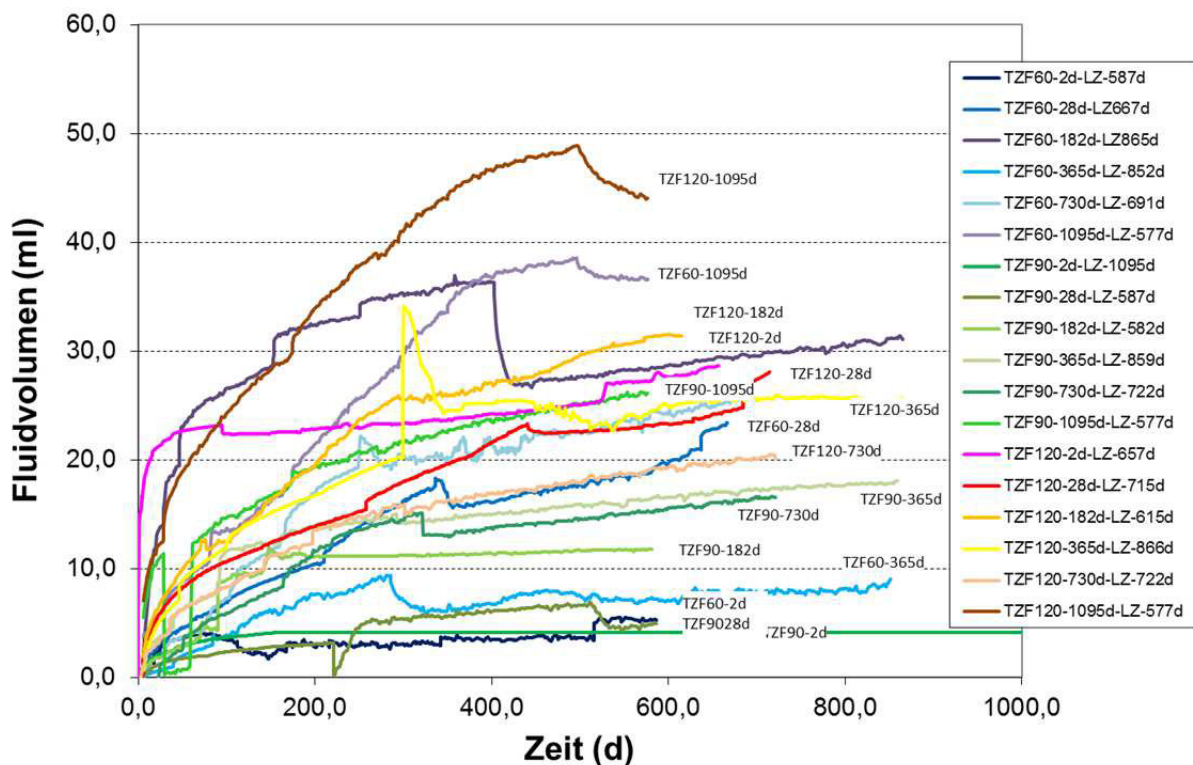




Abb. 46: Lösungsaufnahmeverhalten der A1-Proben aus allen drei TZF über die gesamte Versuchsdauer der Lösungsdruckbeaufschlagung

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 102 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Tab. 15: Übersicht zu den mit Druckregime angeströmten A1-Proben, Messzeitraum und injizierten Lösungsmengen

Probenbezeichnung	Lösungszutritt			aufgenommene Lösungsmenge [mL]		
	Start	Ende	Zeitraum [d]	im Zeitraum der Lösungsdruckbeaufschlagung	im Zeitraum nach anschl. Druckentlastung	Σ
TZF 60						
TZF 60-2d-LZ-587d	07.06.2012	15.01.2014	587	3,18	0	3,18
TZF 60-28d-LZ-667d	18.06.2012	17.04.2014	668	17,56	1,23	18,79
TZF 60-182d-LZ-865d	13.12.2012	27.04.2015	865	36,31	-5,28	31,03
TZF 60-365d-LZ-852d	29.05.2013	28.09.2015	852	9,38	-0,35	9,03
TZF 60-730d-LZ-691d	05.06.2014	26.04.2016	691	22,19	3,30	25,49
TZF 60-1095d-LZ-577d	07.04.2015	04.11.2016	577	38,51	-1,95	36,56
TZF 90						
TZF 90-2d-LZ-1095d	27.04.2012	27.04.2015	1095	4,09	4,60	8,69
TZF 90-28d-LZ-587d	07.06.2012	15.01.2014	587	3,13	3,38	6,51
TZF 90-182d-LZ-582d	30.10.2012	04.06.2014	582	11,47	0,30	11,77
TZF 90-365d-LZ-859d	22.05.2013	28.09.2015	859	15,02	3,05	18,07
TZF 90-730d-LZ-722d	05.05.2014	26.04.2016	722	15,10	1,60	16,70
TZF 90-1095d-LZ-577d	07.04.2015	04.11.2016	577	25,16	0,95	26,11
TZF 120						
TZF 120-2d-LZ-657d	29.03.2012	15.01.2014	657	23,19	5,47	28,66
TZF 120-28d-LZ-715d	02.05.2012	17.04.2014	715	23,31	0,15	23,46
TZF 120-182d-LZ-615d	30.10.2012	07.07.2014	615	25,91	4,60	30,51
TZF 120-365d-LZ-866d	15.05.2013	28.09.2015	866	20,35	5,35	25,70
TZF 120-730d-LZ-722d	05.05.2014	26.04.2016	722	15,93	4,25	20,18
TZF 120-1095d-LZ-577d	07.04.2015	04.11.2016	577	48,87	-4,85	44,02

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 103 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Unter der Annahme, dass die Lösung gleichmäßig über den zugänglichen (effektiven) Porenraum in die jeweilige Probe eingedrungen ist, lässt sich die Reichweite der Lösungsfront bei gegebener Porosität bestimmen (Abb. 47). Für die gemessenen Lösungsvolumina zwischen 3 mL und ca. 50 mL ergibt sich, je nach effektiver Porosität eine Reichweite von ca. 5 mm bis 100 mm (100 mm = Durchströmung).

Für die einzig durchströmte Probe TZF 120-1095d wurde bereits sehr früh ein messbarer Lösungsdurchtritt beobachtet, noch bevor eine vollständige Aufsättigung des Probekörpers erreicht war. Dies deutet darauf hin, dass lokale Fließwege möglich sind („Fingering“), wobei die Aufsättigung andauerte und sich ab einer Aufnahme ca. etwa 45 mL Lösung ein stationäres Fließgleichgewicht ($\dot{q}_{in} = \dot{q}_{out}$) einstellte, d.h. die Probe vollständig bei einer effektiven Porosität von ca. 6% aufgesättigt war (Abb. 47).

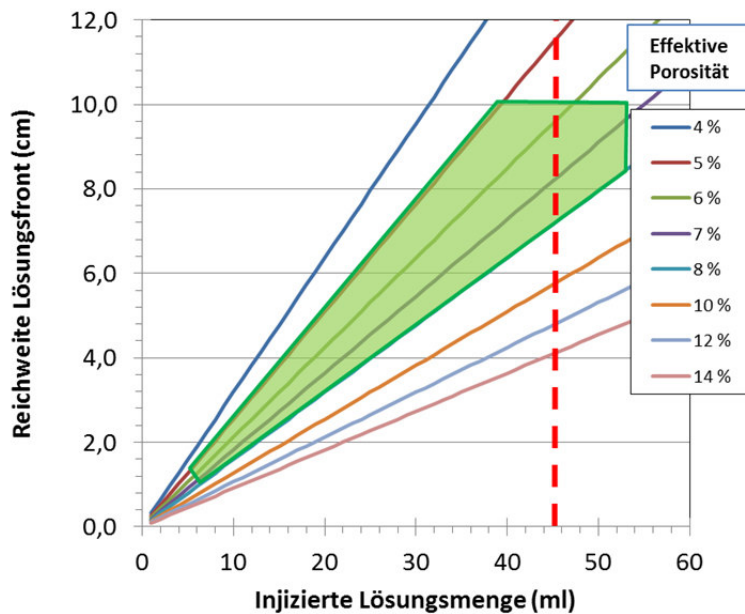



Abb. 47: Nomogramm zur Bestimmung der Reichweite der Zutrittslösung in den A1-Probekörpern während der Lösungsdruckbeaufschlagung (entsprechend dem für die Proben in Abschnitt 5.1.2 bestimmten Porositätsbereich (effektive Porosität von $7\% \pm 3\%$)). Die gestrichelte rote Linie entspricht der erreichten Aufsättigung der Probe TZF 120-1095d-LZ-577d mit Lösungsdurchtritt

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 104 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Petrophysikalische Probencharakterisierung: Dichte und P-Wellengeschwindigkeit (v_p) nach Lösungsdruckbeaufschlagung

Nach Beendigung des Anströmversuches in den Messzellen wurden die Probekörper mechanisch in einer Prüfmaschine ausgepresst. Daraus wurden gemäß Abschnitt 4.2.3 jeweils drei Prüfkörper hergestellt¹⁴.

Die Dichte- v_p -Variationsfelder, resultierend aus der Vermessung der Einzelprüfkörper, sind im Vergleich zu denen der unangeströmten Proben aus den drei TZF in Abb. 48 dargestellt. Entsprechend der unterschiedlich aufgenommenen Lösungsmengen (Abb. 46, Tab. 15) streuen die Daten innerhalb eines Feldes ohne systematische Unterschiede hinsichtlich der durchlaufenen TZF. Mit der zumindest teilweisen Aufsättigung des Porenraums haben sich die Dichten und v_p -Werte im Vergleich zu den unangeströmten Proben, zwischen $1,90 \text{ g/cm}^3$ und $1,95 \text{ g/cm}^3$ liegend, auf $1,94 \text{ g/cm}^3$ bis $2,01 \text{ g/cm}^3$ erhöht (Abb. 48).

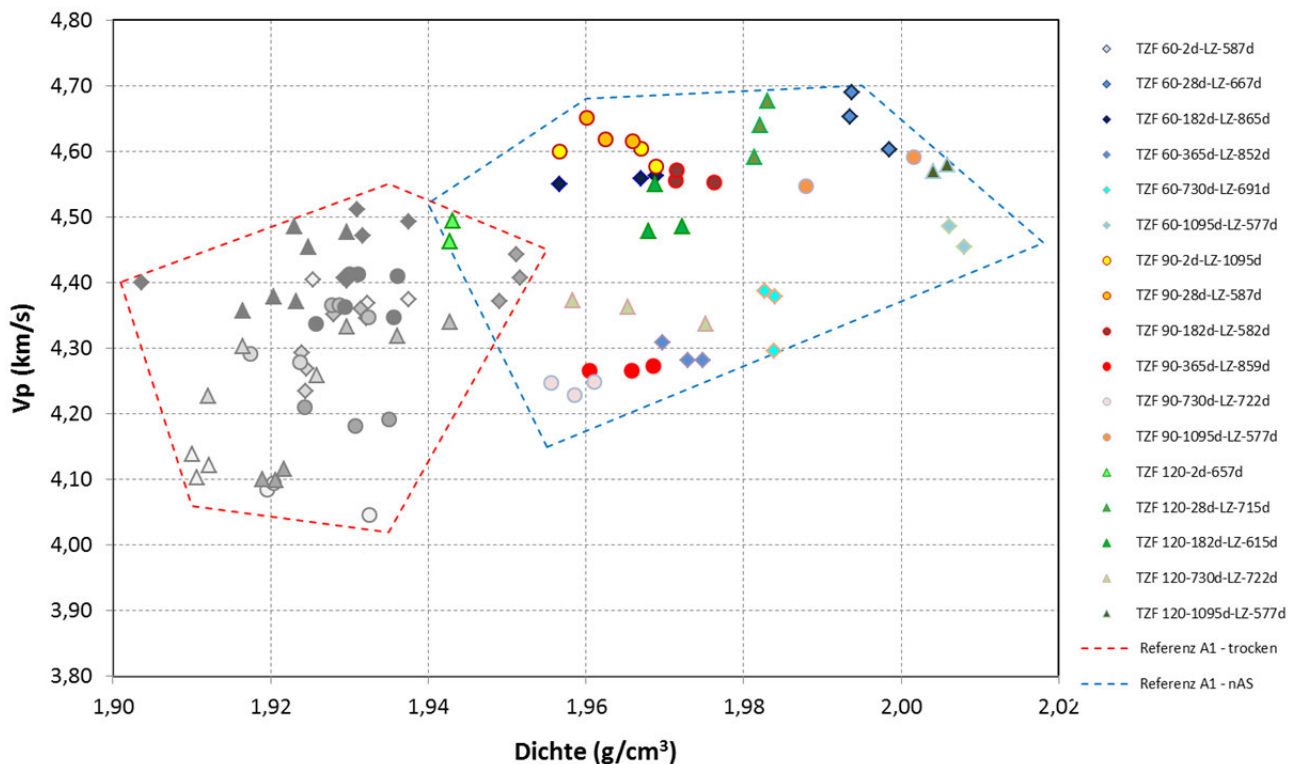



Abb. 48: Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probendichte vergleichend für die unangeströmten A1-Proben (graue Symbole) und die angeströmte Proben aus den drei TZF

¹⁴ Die Vermessung der Proben nach dem Auspressen ergaben z.T. geringere Dichten als die herausgebohrten Einzelprüfkörper, was z.T. auf Unregelmäßigkeiten der Prüfkörpergeometrie (keine planen Zylinderendflächen) zurückzuführen ist, aber auch auf eine ungleichmäßige Anströmung hinweist. Beim Auspressen der trockenen Proben wurde bereits festgestellt, dass lokal Baustoff in die Sinterplatten eingedrungen war (lokale Abdichtung).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 105 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Unabhängig von der oben berechneten Porenraumsättigung, kann diese über die bestimmten Dichten der Einzelprüfkörper auch abgeschätzt werden. Mit einer mittleren Porosität von 6,4% (Medianwert, Abschnitt 5.1.3) und der Dichte der Zutrittslösung ($\rho_{\text{Anmischlösung}} = 1,32 \text{ g/cm}^3$) variiert die Sättigung der Proben zwischen 20% und 95%, wobei für mindestens die Hälfte der Proben Sättigungen von 35% bis 75% erreicht wurden (Abb. 49). Diese Werte (über die Vermessung der Einzelprüfkörper bestimmt) spiegeln damit die berechneten Sättigungswerte wieder, welche über die in das gesamte Probekörpervolumen injizierte Lösungsvolumen ermittelt wurden (Tab. 16).

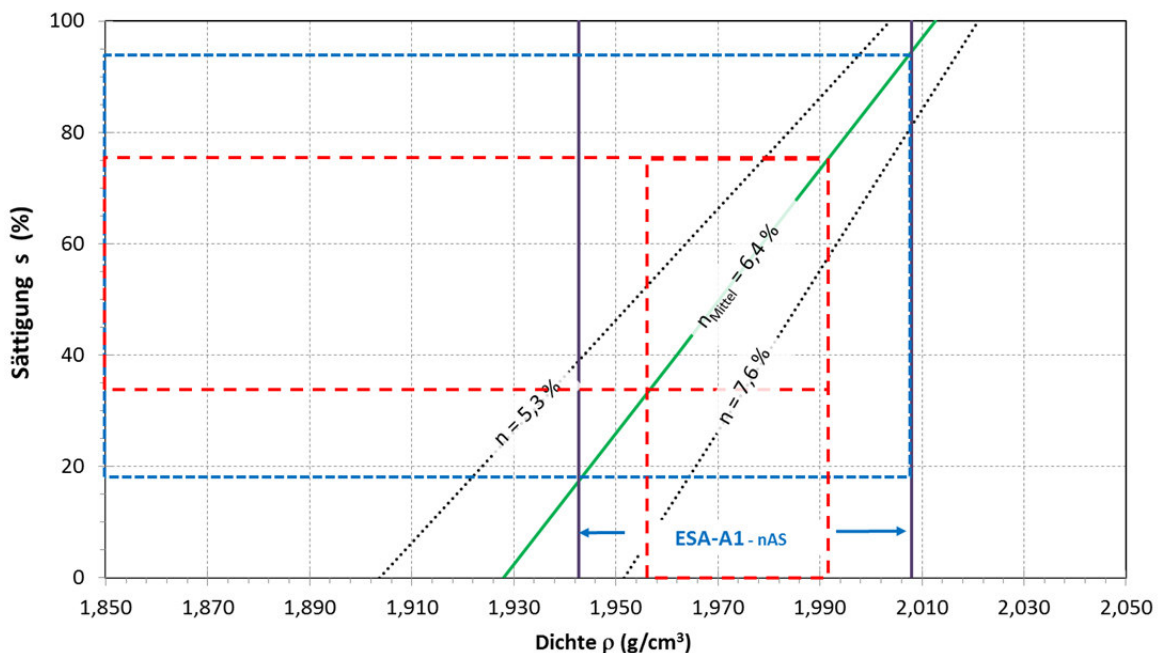


Abb. 49: Nomogramm zur Bestimmung der Sättigung der angeströmten A1-Proben auf Basis der spezifischen Probendichte nach Versuchsende. Das rot umrandete Segment entspricht 50% der Proben

Gas-Permeabilität

Die angeströmten Probekörper wurden routinemäßig einem Gas-Permeabilitätstest unterzogen. Für keine Probe war ein Gasdurchgang messbar (trotz Injektionsdrücken bis 8 MPa und Verwendung eines Bürettensystems zum Nachweis sehr kleiner Gasdurchtrittsraten: Auflösung ca. 1mL / 24h), was aufgrund der nachgewiesenen extrem geringen Lösungspermeabilitäten auch nicht zu erwarten war. Aufgrund der Aufsättigung reduziert sich der für einen Gastransport zur Verfügung stehende Porenraum gegen Null, womit die effektive Gaspermeabilität praktisch Null ist. Gaseindringdrücke für 2-Phasenfluß wurden nicht bestimmt, sind aber offenbar größer als 8 MPa, weil kein für einen Gastransport effektiver Gaseintritt erfolgte (Abb. 50).

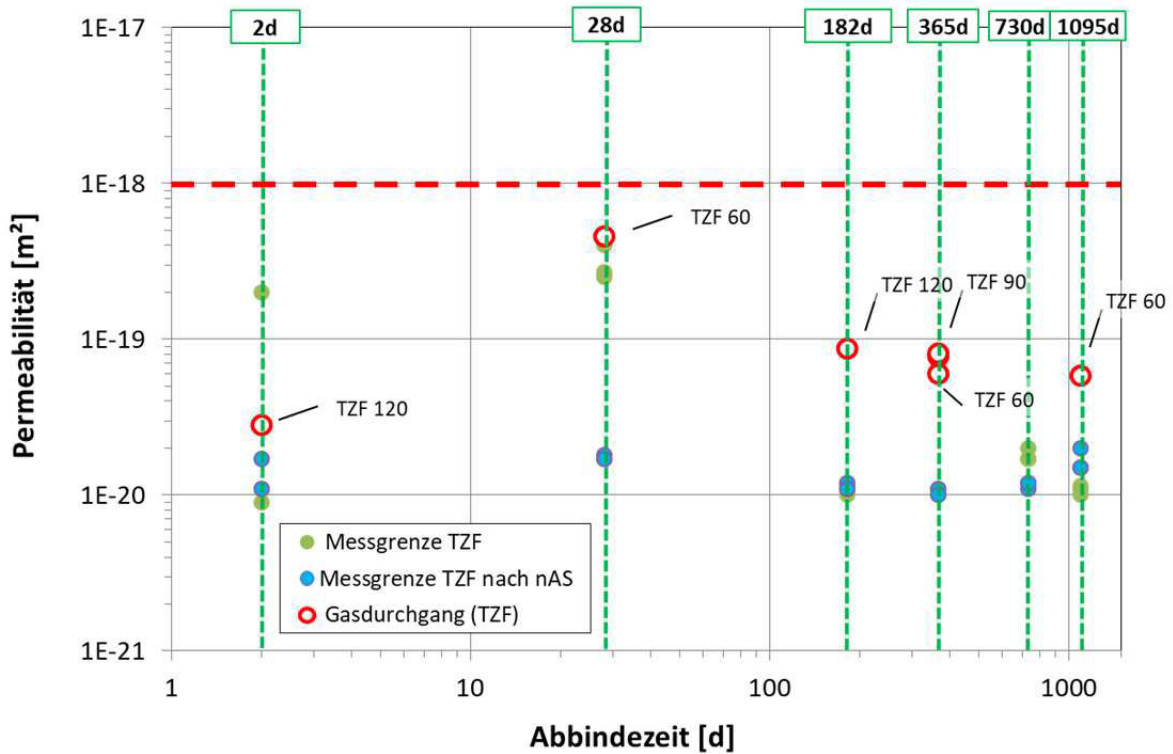



Abb. 50: Untere Messgrenzen für Gas-Permeabilitäten (aufgrund der jeweiligen Strömungsrandbedingungen für jeden Versuch) der A1-Baustoffproben (nach Anströmung (nAS)) in Relation zu den bereits in Abb. 38 dargestellten Kennwerten von A1-Proben vor Anströmung. Die gestrichelte Linie entspricht der Anforderung $K = 10^{-18} \text{ m}^2$ (s. Abschnitt 3.1).

Phasenbestand

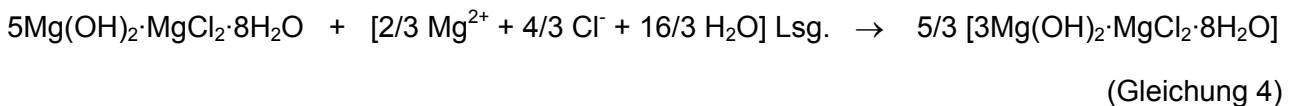
Vorbetrachtungen

Entsprechend des Phasenbestandes der A1-Probekörper (MgO-Reaktivität R2) vor Lösungszutritt (Abschnitt 5.1.1) wurde erwartet, dass es durch Lösungskontakt (MgCl₂-haltiger Lösung, hier die Anmischlösung) zur Umwandlung der Primärphase(n) in die 3-1-8 Phase kommt bzw. die 3-1-8 Phase unverändert erhalten bleibt, wenn diese bereits vor Anströmung als alleinige Bindemittelphase vorliegt. Letzteres trifft auf alle Proben aus dem TZF 120 ab einem Alter von über 100 Tagen und aus dem TZF 60 (MgO-Reaktivität R2) nach ca. 180 Tagen zu, wobei hier ein geringer Anteil (1 Ma.% bis 5 Ma.%) der 5-1-8 Phase dauerhaft erhalten geblieben ist.

Im TZF 90 lag rezepturschwankungsbedingt nach ca. 100 Tagen ein unveränderlicher Phasenbestand von etwa gleichen Anteilen an 3-1-8 Phase und 5-1-8 Phase vor (Abschnitt 5.1.1).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 107 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Die Umwandlung der 5-1-8 Phase bei Zutritt von $MgCl_2$ -haltiger Lösung in die 3-1-8 Phase entsprechend der Reaktionsgleichung in (Gleichung 4) erfolgt mit einer Zunahme des Festphasenvolumens um 33% (Berechnungsergebniss anhand der kristallographischen Dichten und (Gleichung 4)).




mit:	5Mg(OH) ₂ ·MgCl ₂ ·8H ₂ O	5-1-8 Phase
	[2/3 Mg ²⁺ + 4/3 Cl ⁻ + 16/3 H ₂ O] Lsg.	Restlösung
	[3Mg(OH) ₂ ·MgCl ₂ ·8H ₂ O]	3-1-8 Phase

Entsprechend des lösungszugänglichen Porenraumes von 7% ± 3% bzw. 6% ± 2% (s. Abschnitt 5.1.2) kommen bei einem homogen ausgebildeten Gefüge (gleichmäßige Verteilung des Porenraumes innerhalb des Baustoffgefüges), welches im Bindemittelphasenanteil zur Hälfte aus 5-1-8 Phase und 3-1-8 Phase besteht, formal nur ca. 1 Vol.% der enthaltenen ca. 19 Vol.% 5-1-8 Phase in Kontakt mit Lösung¹⁵. Folglich sollte ein Lösungszutritt über den zugänglichen Porenraum des eingespannten Baustoffes keine messbaren Veränderungen im Phasenbestand verursachen und der wesentliche Anteil des Baustoffgefüges sollte einen Phasenbestand aufweisen, der dem nach entsprechender Abbindezeit im TZF ohne Lösungszutritt entspricht. Das setzt voraus, dass die lokal mit Lösung in Kontakt stehende 5-1-8 Phase auch genau in dieser Lokalität die 3-1-8 Phasenkristallisation bewirkt. Da die Bildung der 3-1-8 Phase jedoch kinetisch gehemmt ist, wird deren Auskristallisation lokal und zeitlich nicht unbedingt am Ort der 5-1-8-Phasenauflösung stattfinden.

Das bedeutet, dass mit dem Eindringen der Lösung (dem Lösungsdruckgradienten folgend) und dem Auflösen der 5-1-8 Phase eine OH-übersättigte Lösung entsteht, die weiter über den zugänglichen Porenraum in den Baustoff eindringt. Der Abbau der Übersättigung erfolgt erst im später erreichten Porenraum mit Auskristallisation der 3-1-8 Phase, wodurch erst weiter hinten liegende Porenraumbereiche auch verschlossen werden. Neu zutretende Lösung besitzt so Lösepotential für lokal noch vorhandene 5-1-8 Phase an der Lösungszutrittsseite (weshalb auch höhere Umsetzungen als nur 1 Vol.% der vorhanden 19 Vol.% der 5-1-8 Phase möglich sind). Wird das Vordringen von Lösung mit der Zeit mehr und mehr verhindert, weil im inne liegenden Porenraum kristallisierte 3-1-8 Phase Lösungswegsamkeiten verschlossen hat, kristallisiert diese mit der Zeit auch im Porenraum auf der Zutrittsseite aus. Dieser Sachverhalt spiegelt sich speziell im Ergebnis der ortsaufgelösten Messungen von Probekörperinnenräumen der TZF 90-Proben wieder (s. unten).

¹⁵ Volumenanteile der abgebundenen TZF 90-Proben (MgO-Reaktivität R2): 20 Vol.% 3-1-8 Phase, 19 Vol.% 5-1-8 Phase, 55 Vol.% NaCl, 6 Vol.% Poren (berechnet anhand der Daten in Tab. 12 (s. Abschnitt 5.1.2))

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 108 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Messergebnisse

Der Phasenbestand der nach der Lösungsdruckbeaufschlagung aus den IfG-Probemesszellen ausgepressten Probekörper wurde auf den Mantelflächen und den Stirnseiten ortsaufgelöst analysiert.

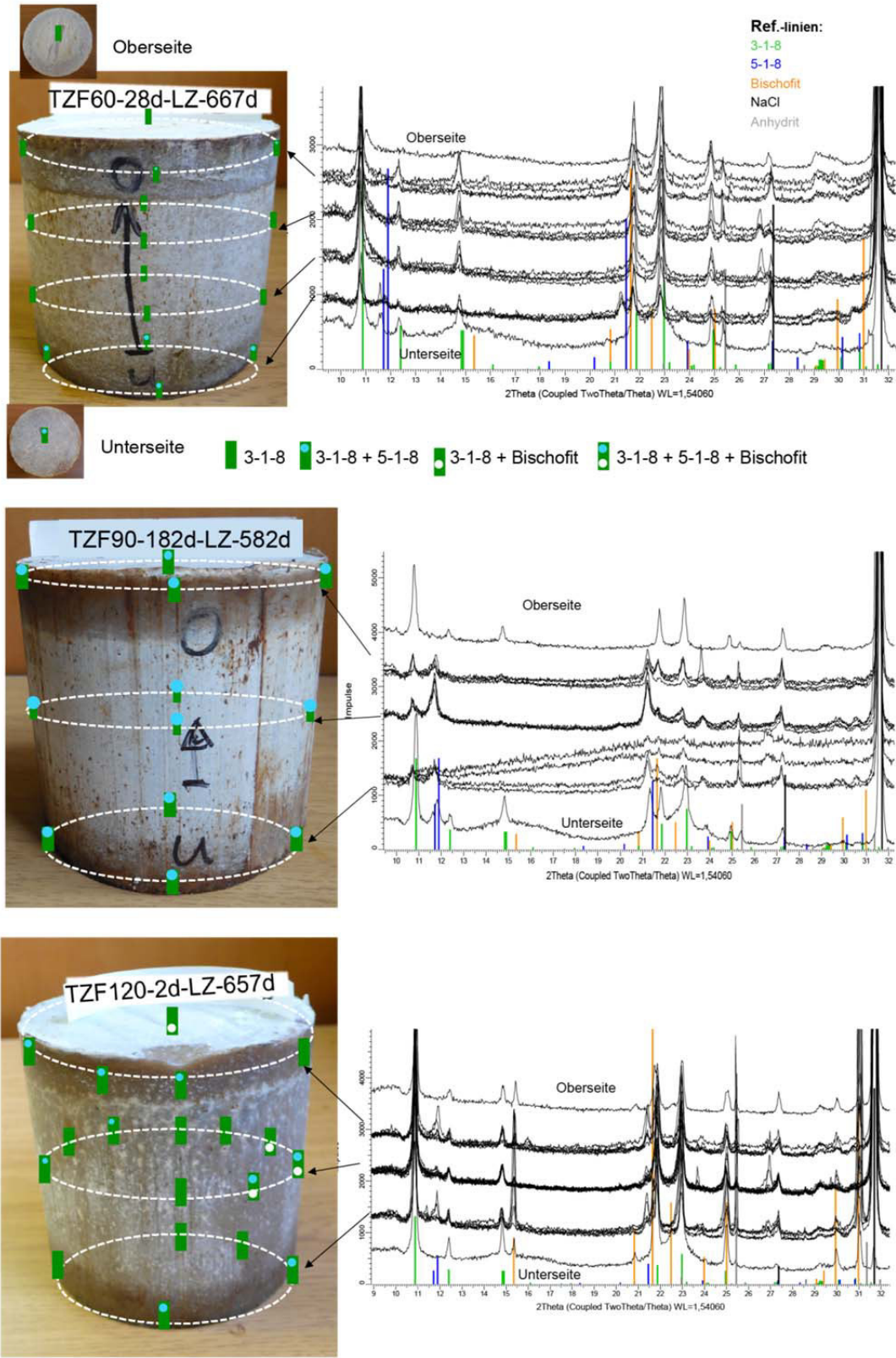


Abb. 51: Ortsaufgelöste Phasenanalyse auf der Oberfläche der nach Lösungsdruckbeaufschlagung (für mind. 1,5 Jahre) ausgepressten A1-Probekörper

Abb. 51 zeigt am Beispiel eines Probekörpers aus jedem TZF die Messpositionen mit dem vorgefundenen Phasenbestand. Auf den Oberflächen der Probekörper aus TZF 60 und TZF 120 wurde die 3-1-8 Phase neben geringen Anteilen von 5-1-8 Phase an vereinzelt Lokationen gefunden. Zum Zeitpunkt des Lösungszutrittes bildeten noch die Primärphasen das Bindemittelgefüge dieser Proben aus. Analog zu den unangeströmten Proben haben sich über den Untersuchungszeitraum die Primärphasen in die 3-1-8 Phase umgewandelt, wobei geringe Anteile der 5-1-8 Phase in Einzellokalitäten gefunden werden, wenn der Lösungszutritt oder auch die Porenlösung mit diesen Gefügelokalitäten nicht in Kontakt stand oder aus lokal übersättigten Lösungen keine 3-1-8-Phasenkristallisation stattgefunden hat. Die TZF 90-Proben zeigten dagegen deutlich höhere Anteile an 5-1-8 Phase analog dem Phasenbestand der abgebundenen Proben ohne Lösungszutritt. Ein verringerter 5-1-8-Phasenanteil konnte dabei aber im oberen und unteren Bereich des jeweiligen Probekörpers festgestellt werden. Von der Ober- und Unterseite waren die Proben permanent an Lösung angeschlossen (Abschnitt 3.5.3 und Abschnitt 3.6.3). Aufgrund noch anhaftender Lösung nach dem Auspressen der Probekörper wurde vereinzelt auch Bischofit, welcher bei Eintrocknung der anhaftenden Lösung kristallisiert, identifiziert.

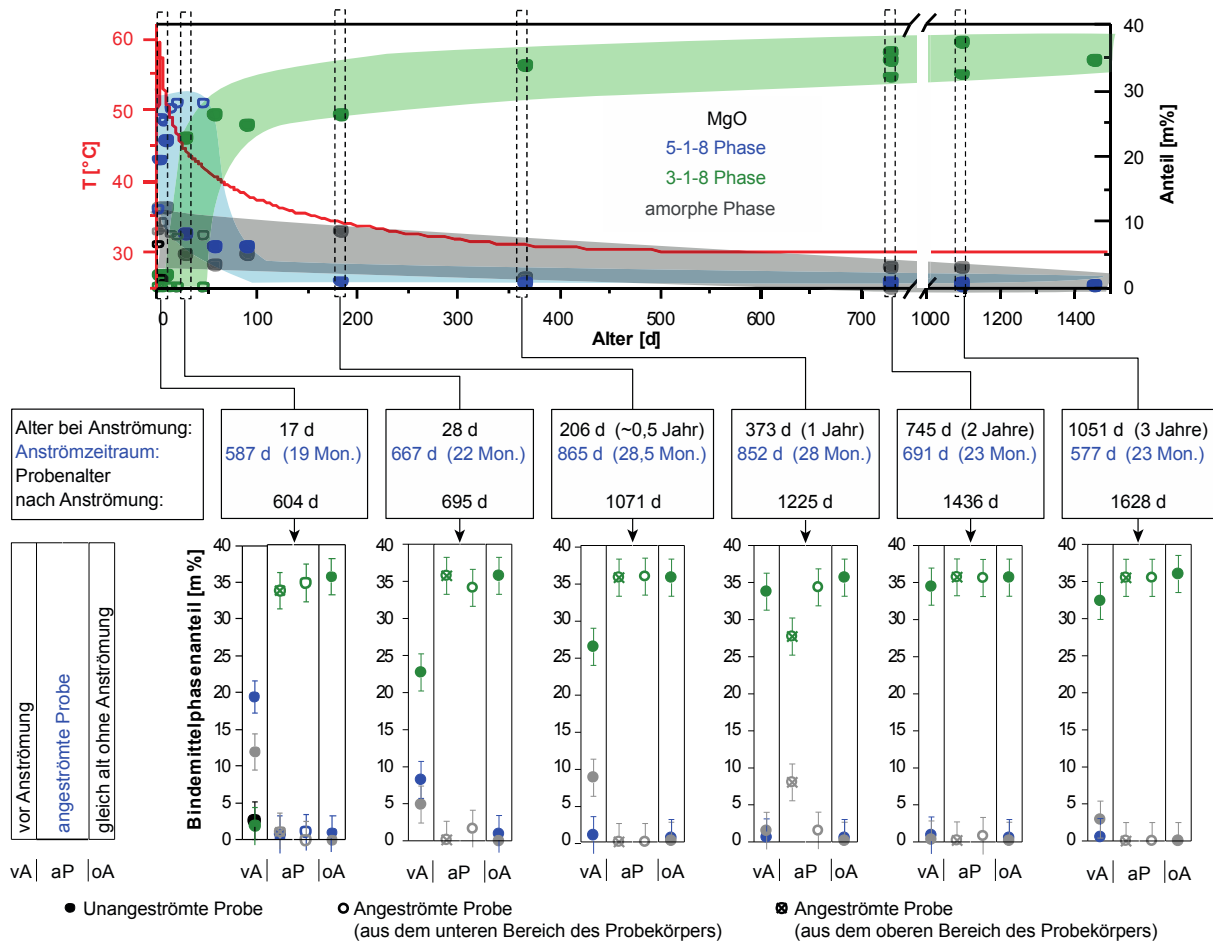



Abb. 52: Bindemittelphasenbestandsentwicklung im A1-Baustoff im TZF 60 (MgO-Reaktivität 2) ohne und nach Lösungsdruckbeaufschlagung

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 111 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Nach diesen Voruntersuchungen wurden die Probekörper zurück an das IfG Leipzig geschickt. Nach der dortigen Prüfkörpergewinnung (Abb. 14) wurden die verbleibenden Reststücke zur weiteren Phasenanalyse wieder am IfAC vermessen. Dazu wurden aus dem oberen sowie mittleren Bereich der ursprünglichen Probekörper jeweils eine Pulverprobe (aus ca. 0,1 cm³ bis 0,5 cm³ großen Bruchstücken) zur Quantifizierung des Phasenbestandes präpariert.

Die für alle Proben bestimmten Zusammensetzungen entsprechen im Wesentlichen dem Phasenbestand, der sich in den Baustoffproben im Verlauf des Abbindens nach Sekundärkristallisation im jeweiligen TZF ohne Lösungszutritt eingestellt hat. Abb. 52 zeigt den Vergleich für die Bindemittelphasenbestandsentwicklung im TZF 60 ohne und nach Lösungsdruckbeaufschlagung. Es zeigt sich, dass die nach Abbinden nach 100 Tagen vorliegende 3-1-8 Phase unverändert auch nach Lösungskontakt als Bindemittelphase vorliegt. Der amorphe Festphasenanteil hat sich dabei in kristalline 3-1-8 Phase umgewandelt. Die eingedrungenen Lösungsmengen betragen 3 mL bis 36,56 mL (Tab. 15). Der höchste Wert (36,56 mL) aus der Serie der TZF 60-Proben entspricht ca. 5% des Probekörpervolumens, was in der Größenordnung des lösungszugänglichen Porenraums liegt und ca. 3 Ma.% des Probekörpers ausmacht. Diese Porenlösung wird als amorpher Anteil im Bindemittelphasenbestand im Rahmen des analytischen Fehlers von 1 Ma.% bis 5 Ma.% bestimmt. Lokal kann es jedoch auch Abweichungen davon geben, wie Abb. 51 für die 373 Tage abgebundene und angeströmte TZF 60-Probe für eine Messlokation mit ca. 8 Ma.% amorphen Anteils zeigt.

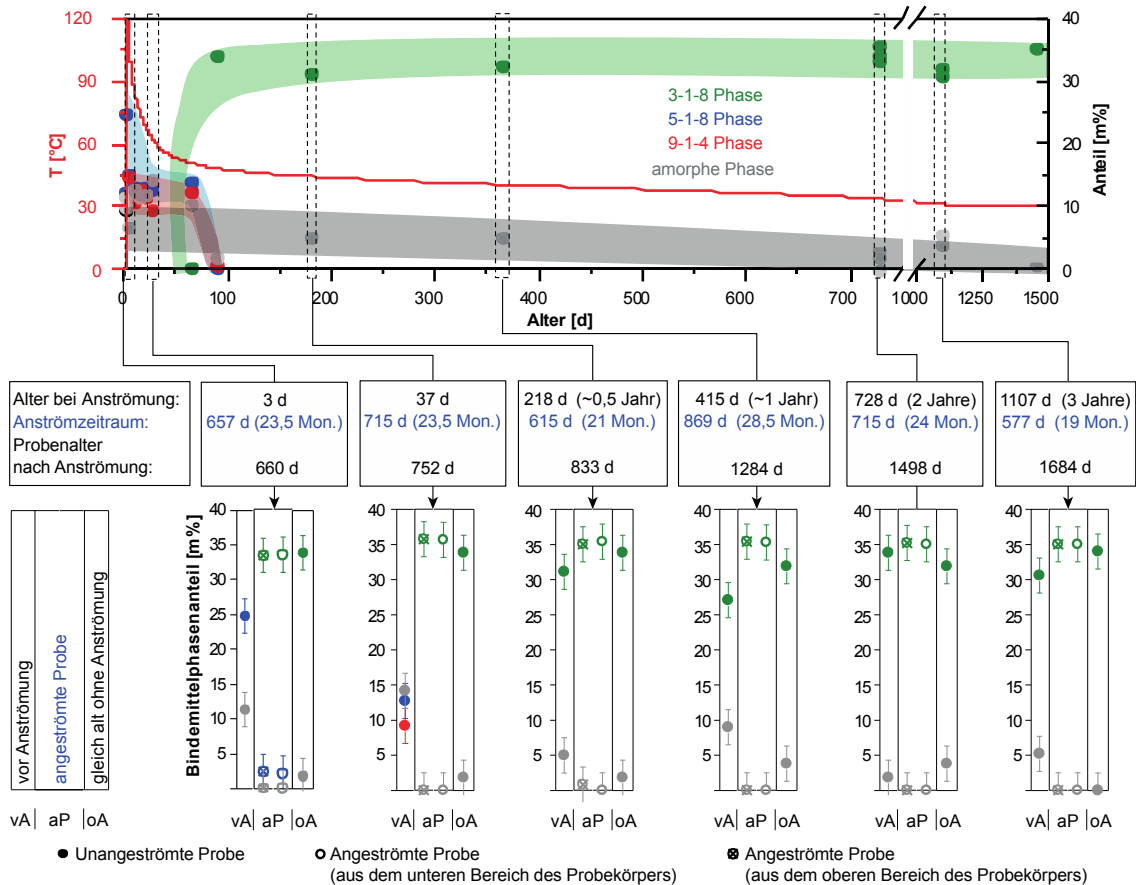


Abb. 53: Bindemittelphasenbestandsentwicklung im A1-Baustoff im TZF 120 (MgO-Reaktivität R2) ohne und nach Lösungsdruckbeaufschlagung

Für die A1-Proben aus dem TZF 120 zeigt sich ein analoges Bild (Abb. 53). Die 3-1-8 Phase lag nach ca. 100 Tagen Abbinden als alleinige Bindemittelphase vor. Mit Lösungszutritt kommt es daher zu keinen weiteren Veränderungen, da es sich um die thermodynamisch stabile Phase handelt. Der amorphe Festphasenanteil ist als 3-1-8 Phase kristallisiert. Bei dem nach Lösungszutritt als amorphe Phase bestimmten Anteil handelt es sich wiederum um die eingedrungene Porenlösung. Die Proben haben vergleichsweise die höchsten Lösungsmengen aufgenommen (zwischen 20 mL und 44 mL, was etwa 1,7 Ma.% bis 3,6 Ma.% des gesamten Probekörpers entspricht).

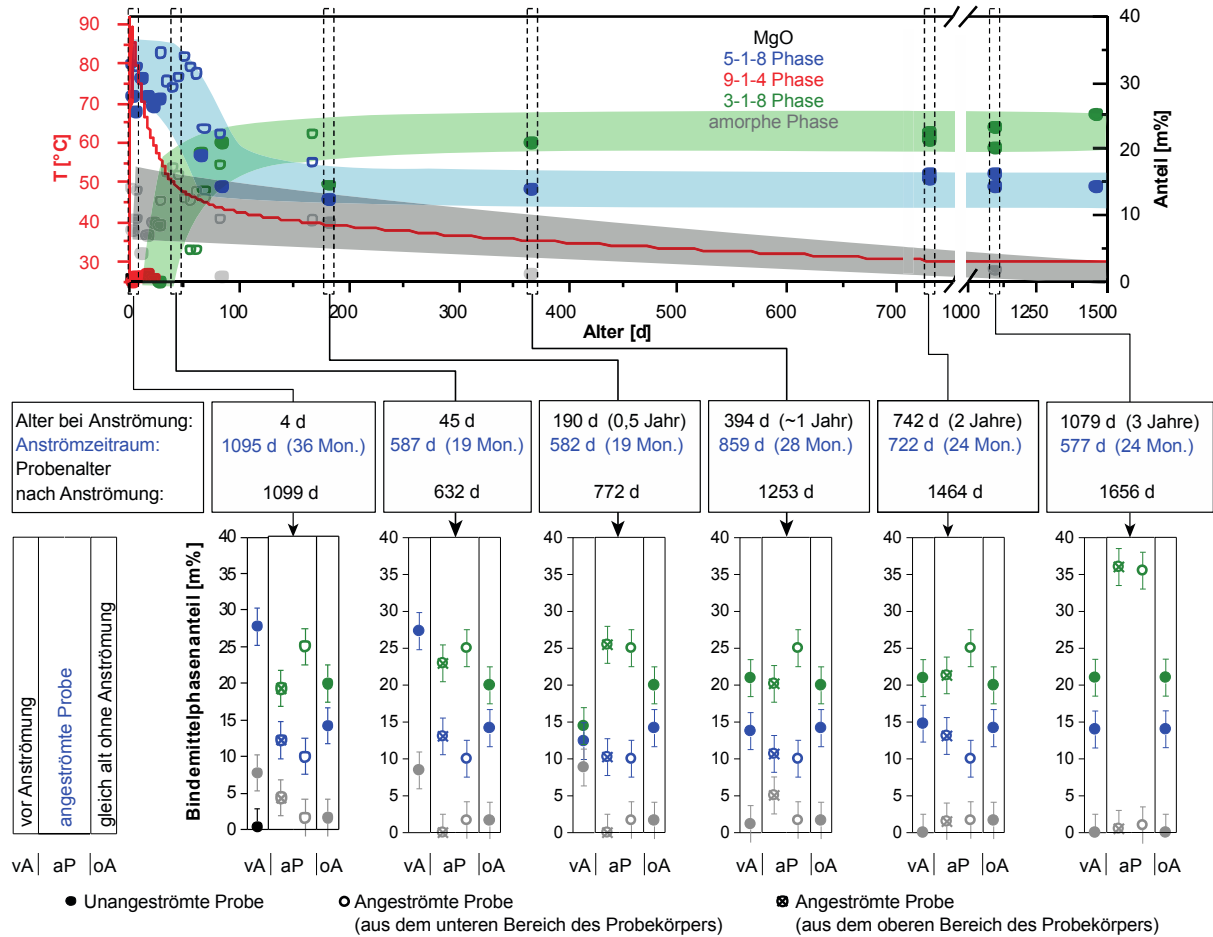



Abb. 54: Bindemittelphasenbestandsentwicklung im A1-Baustoff im TZF 90 (MgO-Reaktivität R2) ohne und nach Lösungsdruckbeaufschlagung

Für die A1-Baustoffproben mit etwa gleichen Anteilen an 5-1-8 und 3-1-8 Phase aus TZF 90 wird im Rahmen des analytischen Fehlers im Mittel ein minimal höherer 3-1-8-Phasenanteil nach Lösungszutritt im Vergleich zur Situation ohne Lösungszutritt festgestellt (Abb. 54). Nur für die älteste abgedundene Probe (TZF 120-1095d-LZ-577d) wird nach Lösungszutritt kein 5-1-8-Phasenanteil (Nachweisgrenze liegt für die Quantifizierung bei ca. 3 Ma.%) in den beiden Probenahmelokationen mehr analysiert. Durch zusätzliche qualitative, ortsaufgelöste Messungen über die Mantelfläche und den Probekörperinnenraum (Abb. 55) wurde jedoch festgestellt, dass im mittleren bis unteren Probekörperbereich noch Anteile an 5-1-8 Phase enthalten sind. Diese Probe hat mit 26,11 mL aus der Serie der TZF 90-Proben die höchste Lösungsmenge aufgenommen (Tab. 15). Maximal kann damit entsprechend (Gleichung 4) die knappe Hälfte der enthaltenen 5-1-8 Phase unter vollständigem Verbrauch der Lösung in die 3-1-8 Phase umgewandelt werden. Der ursprüngliche Porenraum (6% ± 2%) wird dabei durch den Festphasenzuwachs um ca. 50% reduziert, was sich in den gemessenen Porositätswerten für diese Probe (nach 728 Tagen Lösungskontakt und einem Gesamtalter von 1656 Tagen), zwischen 2% und 3% liegend, wieder spiegelt (Abb. 54). Proben, die weniger Lösung aufgenommen haben, zeigen erwartungsgemäß höhere Porositätswerte insbesondere im unteren Probekörperbereich, wohin anteilig nur wenig

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 114 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Lösung vorgedrungen sein sollte, wie Abb. 55 anhand der höheren 5-1-8-Phasenanteile im unteren Bereich für die Probe TZF 90-365d-LZ-859d (diese hat 18 mL Lösung aufgenommen) zeigt.

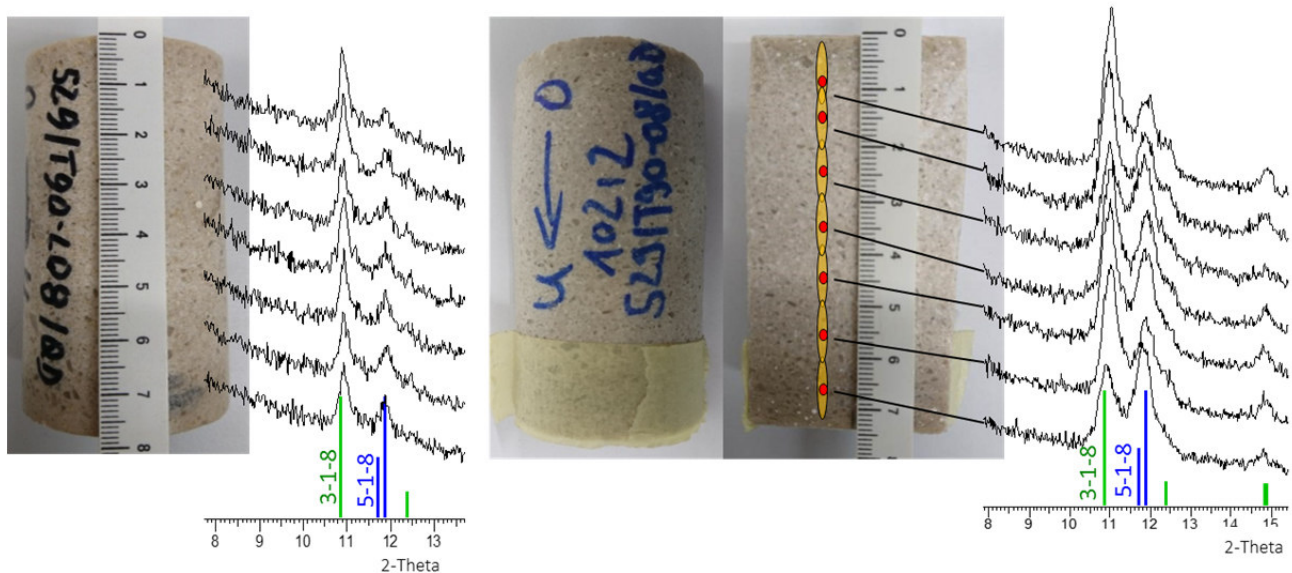



Abb. 55: Ortsaufgelöste Phasenanalyse der A1-Probe TZF 90-365d-LZ-859d (nach Lösungsdruckbeaufschlagung) über den Innenraum anhand der Mantelflächenvermessung erbohrter Einzelprüfkörper (links) sowie der nach Halbierung gewonnenen Schnittfläche (rechts)

Im Gegensatz zu A1-Proben mit ausschließlich 3-1-8 Phase (TZF 120) führt ein Lösungszutritt im Fall der TZF 90-Proben zum vollständigen Verbrauch der Lösung aufgrund der Umwandlung der 5-1-8 Phase in die 3-1-8 Phase. Die Lösungszutrittsmenge ist über das lösungszugängliche Porenvolumen gegenüber der vorhandenen 5-1-8 Phase begrenzt. Da sich der Baustoff im eingespannten Zustand befindet, kann die 3-1-8 Phase auch nur im vorhandenen Porenraum auskristallisieren. Infolgedessen kommt es zu einer Reduzierung des lösungszugänglichen Porenraums, letztendlich zum Verschluss des Porensystems (Selbstabdichtung) für weitere Zutrittslösung und damit zu keinen weiteren Veränderungen im Bindemittelphasenbestand, wie Abb. 55 für den A1-Probekörper (90-365d-LZ-859d) zeigt. Die 5-1-8 Phase bleibt folglich neben der 3-1-8 Phase erhalten.

Liegt nur die 3-1-8 Phase als Bindemittelphase im A1-Baustoff vor (im Fall der vollständig abgebindenen TZF 120-Proben; die TZF 60-Proben enthielten noch minimale 5-1-8-Phasenanteile), kann sich der Porenraum entsprechend seiner Lösungszugänglichkeit sättigen, ohne dass die eindringende Lösung durch Reaktionen mit dem Baustoff verbraucht wird. Lediglich durch die Kristallisation des amorphen Bindemittelphasenanteils und lokalen Umkristallisationsprozessen der 3-1-8 Phase selbst kann es zu geringfügigen Porenraumumbildungen im Baustoffgefüge kommen.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 115 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018


A1-Baustoff nach Lösungskontakt im nicht eingespannten Zustand

Bei einem nicht eingespannten Baustoff kann es durch ein allseitiges Eindiffundieren der Lösung und damit verbundenen Auflöse- und Kristallisationsprozessen zu Aufweitungen des Gefüges inklusive Porenraum kommen, da eine Volumendehnung des Baustoffes nach außen hin nicht behindert ist. Um diesen Sachverhalt für die A1-Baustoffproben mit zu untersuchen, wurden Probekörper (Reststücke aus IfAC-Probenzellen, Abb. 56) in die MgCl₂-Lösung (Anmischlösung) eingelagert.

Entsprechend dem Beprobungsplan in Tab. 2 ist dieser mit Tab. 16 im relevanten Ausschnitt um die drucklos in Lösung eingelagerten Proben aus den drei TZF mit den MgO-Reaktivitäten 1, 2 und 3 ergänzt (türkis unterlegt). Die 36 Proben wurden über einen Zeitraum von 5 bis 1,5 Jahren (je länger, je früher aus dem TZF entnommen) beobachtet und exemplarisch zwischenzeitlich (in Tab. 16 dunkel-türkis unterlegt, kursiv) sowie nach Versuchsabschluss im August 2017 bzgl. Phasenbestand, Porosität und Entwicklung der Zusammensetzung der Lösung untersucht.

Tab. 16: Beprobungsplan (gemäß Tab. 2) mit Kennzeichnung der Proben, welche drucklos und ohne Einspannung für 1,3 bis 5 Jahre in MgCl₂-Lösung (Anmischlösung) eingelagert wurden (türkis unterlegt + Datum der Einlagerung); R1 bis R3 steht in der Probenbezeichnung für die MgO-Reaktivität

nach Tagen im TZF (= Probealter nach Anmischen)	Bestimmung der Baustoffeigenschaften während bzw. nach Abbinden - Untersuchungsfeld 1 -			Bestimmung der Baustoffeigenschaften während bzw. nach sekundärem Lösungszutritt - Untersuchungsfeld 2 -
	TZF 120	TZF 90	TZF 60	Entnahme aus TZF zur Lösungsdruckbeaufschlagung mit anschließender Baustoffcharakterisierung
	Probenbezeichnung			Probenbezeichnung
1	TZF 120-1d			
2	TZF 120-2d* TZF 120-R1-2d TZF 120-R2-2d TZF 120-R3-2d	TZF 90-2d* TZF 90-R1-2d TZF 90-R2-2d TZF 90-R3-2d	TZF 60-2d* TZF 60-R1-2d 09.0.2012 TZF 60-R2-2d 23.05.2012 TZF 60-R3-2d 23.05.2012	TZF 120-2d-LZ, TZF 90-2d-LZ, TZF 60-2d-LZ
10	TZF 120-10d	TZF 90-10d	TZF 60-10d TZF 60-R1-9d-Wdh 28.09.2015	
28	TZF 120-28d* TZF 120-R1-28d TZF 120-R2-28d TZF 120-R3-28d alle 23.04.2012	TZF 90-28d* TZF 90-R1-28d TZF 90-R2-28d TZF 90-R3-28d alle 21.05.2012	TZF 60-28d* TZF 60-R1-28d TZF 60-R2-28d TZF 60-R3-28d alle 18.06.2012	TZF 120-28d-LZ, TZF 90-28d-LZ, TZF 60-28d-LZ

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 116 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

nach Tagen im TZF (= Probealter nach Anmischen)	Bestimmung der Baustoffeigenschaften während bzw. nach Abbinden - Untersuchungsfeld 1 -			Bestimmung der Baustoffeigenschaften während bzw. nach sekundärem Lösungszutritt - Untersuchungsfeld 2 -
	TZF 120	TZF 90	TZF 60	Entnahme aus TZF zur Lösungsdruckbeaufschlagung mit anschließender Baustoffcharakterisierung
	Probenbezeichnung			
182	TZF 120-182d* TZF 120-R1-182d TZF 120-R2-182d TZF 120-R3-182d alle 24.09.2012	TZF 90-182d* TZF 90-R1-182d TZF 90-R2-182d TZF 90-R3-182d alle 22.10.2012	TZF 60-182d**	TZF 120-182d-LZ, TZF 90-182d-LZ, TZF 60-182d-LZ
196			TZF 60-196d TZF 60-R1-196d TZF 60-R2-196d TZF 60-R3-196d alle 03.12.2012	
365	TZF 120-365d* TZF 120-R2-365d 26.03.2013	TZF 90-365d* TZF 90-R2-365d 15.04.2013	TZF 60-365d* TZF 60-R2-365d 21.05.2013	TZF 120-365d-LZ, TZF 90-365d-LZ, TZF 60-365d-LZ
730	TZF 120-730d* TZF 120-R2-730d 26.03.2014	TZF 90-730d* TZF 90-R2-730d 23.04.2014	TZF 60-730d* TZF 60-R2-730d 21.05.2014	TZF 120-730d-LZ, TZF 90-730d-LZ, TZF 60-730d-LZ
1095	TZF 120-1095d* TZF 120-R2-1095d 23.03.2015	TZF 90-1095d* TZF 90-R2-1095d 23.04.2015	TZF 60-1095d* TZF 60-R2-1095d 21.05.2015	TZF 120-1095d-LZ, TZF 90-1095d-LZ, TZF 60-1095d-LZ

Innerhalb der bis zu 5-jährigen Einlagerungszeit wurden an keiner der 36 Proben irgendwelche optisch sichtbaren Veränderungen (z.B. Rissbildung oder Zerfall der Proben) festgestellt.

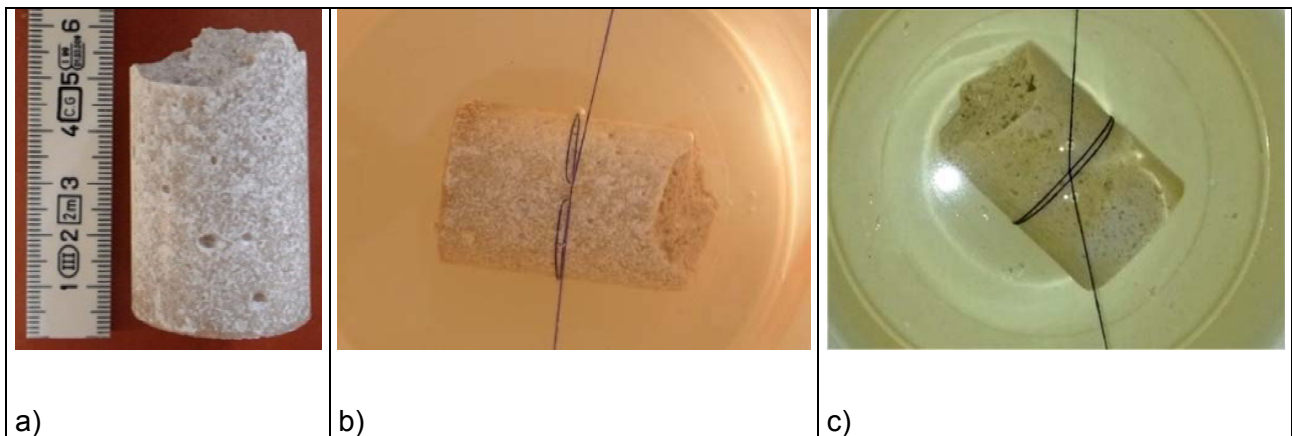

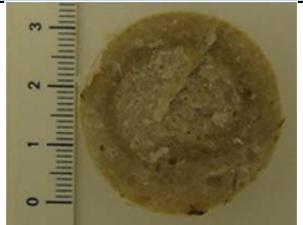





Abb. 56: Untersuchungsphasen: a) Probestückbeispiel (TZF 120-R2-28d); b) wurde an einem Faden hängend in die MgCl₂-Lösung (Anmischlösung) eingetaucht; c) nach 44 Monaten in der Lösung

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 117 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018



Die zwischenzeitlichen Beprobungen zeigten, dass die Lösung gleichmäßig von der Oberfläche in das Probeninnere eindiffundiert ist (Fotos der Bruchflächen der Probekörper nach deren Halbierung in Tab. 17 für TZF 60-R1-Proben nach 3 bis 3,7 Jahren in Lösung). Die Proben TZF 90-R1/R2-28d und TZF 120-R1/R2/R3-28d waren bereits nach gleicher Zeit (44 Monate bzw. 3,7 Jahren) der Einlagerung in Lösung vollständig durchfeuchtet. Ein Lösungssaum war nicht mehr zu erkennen (Abbildung in Tab. 18). Die Analyse des Phasenbestandes im Probeinneren ergab, dass nur noch 3-1-8 Phase neben der eingedrungenen Porenlösung und dem Steinsalzzuschlag vorhanden war, insbesondere auch im Fall der TZF 90-R2-Probe (zugehörige Daten der Quecksilberdruckporosimetrie in Abb. 57 (TZF 120 und TZF 90 „drucklos in Lösung“)).

Tab. 17: TZF 60-R1-Proben nach 3 bis 3,7 Jahren ohne Einspannung und drucklos in MgCl₂-Lösung

	TZF 60-R1-2d	TZF 60-R1-28d	TZF 60-R1-196d
Bruchfläche nach Halbierung der A1-Probestücke			
Lösungseindringtiefe nach Einlagerungszeit	ca. 6-10 mm 44 Monate	ca. 7-9 mm 42 Monate	ca. 4-6 mm 37 Monate
Phasenbestand zum Zeitpunkt der Einlagerung (s. Abschnitt 5.1.1)	5-1-8 Phase, amorpher Phasenanteil, noch etwas MgO	5-1-8 Phase, amorpher Phasenanteil, minimal 3-1-8 Phase	5-1-8 Phase, amorpher Phasenanteil, etwas 3-1-8 Phase
Phasenbestand im - Bereich eingedrungenen Lösung - trockenen Innenbereich	3-1-8 Phase, Porenlösung (röntgenographisch als amorpher Anteil) 3-1-8 Phase, 5-1-8 Phase, etwas amorpher Phasenanteil (entsprechend Phasenbestand nach Abbindezeit im TZF, s. Abschnitt 5.1.1)		

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 118 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Tab. 18: TZF 90- und TZF 120-R2-Proben nach 3,7 Jahren ohne Einspannung und drucklos in MgCl₂-Lösung

	TZF 90-R2-28d	TZF 120-R2-28d
Bruchfläche nach Halbierung der A1-Probestücke		
Lösungseindringtiefe nach Einlagerungszeit	Lösung vollständig eindiffundiert 44 Monate	
Phasenbestand zum Zeitpunkt der Einlagerung (s. Abschnitt 7.1.1)	5-1-8 Phase, amorpher Phasenanteil, etwas 9-1-4 Phase	5-1-8 Phase, 9-1-4 Phase, amorpher Phasenanteil
Phasenbestand nach eingedrungener Lösung	3-1-8 Phase, Porenlösung (röntgenographisch als amorpher Anteil)	

Die abschließende Untersuchung der Proben (August 2017) zeigte, dass in alle Probekörper die Lösung vollständig eindiffundiert war (auch in die erst 1,5 Jahre in Lösung liegenden R2-Probekörper „-1095d“. In allen Proben wurde die 3-1-8 Phase als alleinige Bindemittelphase vorgefunden, auch im Fall der TZF 90-R1-, -R2- und TZF 60-R1-Proben.

Mit der Entnahme aus den Lösungen wurde für alle Proben der Durchmesser bestimmt. Zum Zeitpunkt der Einlagerung (nach Erhärtung in den gasdichten Stahlzellen, Abb. 3) lag dieser für alle Proben bei 30,07 mm ± 0,03 mm. Nach Entnahme aus der Lösung hatte sich dieser für die TZF 60-R2- und -R3-, TZF 90-R3 sowie alle TZF 120-Proben minimal auf 30,5 mm ± 0,3 mm erhöht, unabhängig von der Lösungskontaktzeit. Im Fall der TZF 90-R1-, -R2- und TZF 60-R1-Proben wurde eine deutlich höhere Ausdehnung auf Ø = 31,0 mm ± 0,3 mm festgestellt. Diese größere Volumenzunahme ist durch die volumenunbegrenzte und vollständige Umwandlung der 5-1-8 Phase (liegt zum ca. hälftigen Anteil in diesen A1-Proben nach abgeschlossener Abbindereaktion vor, s. Abschnitt 5.1.1) in die 3-1-8 Phase verursacht.

Darüber hinaus wurde bei allen Proben eine oberflächliche Bildung von Chlorartinit, Mg(OH)Cl·MgCO₃·2H₂O, festgestellt. Diese Phase konnte sich durch Reaktion mit dem in der Luft enthaltenen CO₂ bilden, da die Probegefäße nicht luftdicht verschlossen und zeitweise zur Begutachtung der Probekörper geöffnet wurden. Die Chlorartinit-Bildung ist folglich auch die Ursache für die minimale Vergrößerung der Probendurchmesser der ausschließlich 3-1-8 Bindemittelphase ausbildenden A1-Probenserien (TZF 60-R2- und -R3-, TZF 90-R3 sowie aller TZF 120-Proben).

Die Analyse der Einlagerungslösung ergab im Vergleich zur Ausgangszusammensetzung daher auch eine Anreicherung an CO₃²⁻ (Carbonat) neben OH- (Hydroxid). Ob bereits ein Gleichgewichtszustand zwischen Probekörper und Lösung erreicht wurde, kann nicht beurteilt werden.

Porositätsbestimmung mittels Quecksilberdruckporosimetrie

Für die Bewertung der Quecksilberdruckporositätswerte der A1-Proben vor und nach Lösungszutritt (Abb. 57) ist zu beachten, dass durch das beim Messverfahren angelegte Vakuum (50 mbar) die in den Proben nach Lösungszutritt enthaltene Porenlösung eintrocknet und dabei Bischofit, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, auskristallisiert. Das Volumen der Auskristallisation entspricht ca. 58 Vol.% des ursprünglichen Porenlösungsvolumens (berechnet für eine 5 molale $MgCl_2$ -Lösung). Für den Fall eines lösungserfüllten Porenraumes werden daher nur etwa 40% des vorhandenen und lösungszugänglichen Porenraums messtechnisch erfasst.

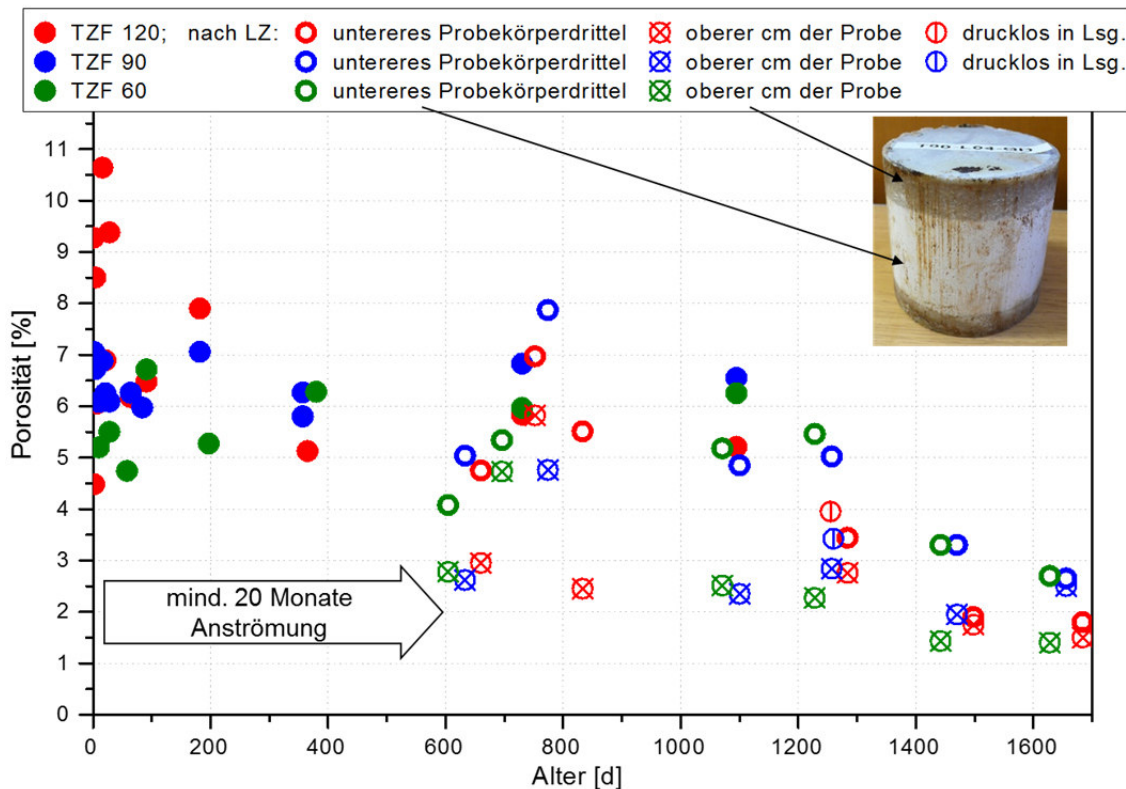



Abb. 57: Porositätswerte (Quecksilberdruckporosimetrie) des A1-Baustoffes vor und nach Lösungszutritt (bei den drucklos in Lösung eingelagerten Proben (Abschnitt 5.2.2) handelt es sich um TZF 90-R1-28d und TZF 120-R1/R2/R3-28d (Mittelwert). Die Probekörper waren nach 44 Monaten in Lösung lagernd vollständig durchfeuchtet)


Für Proben, in welche kaum Lösung eingedrungen ist, wird ein Porenraum im Bereich von $6\% \pm 2\%$ entsprechend der abge bundenen Proben ohne Lösungskontakt wiedergefunden. Bei nahezu vollständiger Porenraumsättigung ist aufgrund der Bischofit-Auskristallisation ein Porenvolumen von $2,5\% \pm 2\%$ messbar. Alle Messwerte für die Proben aus dem TZF 60 und TZF 120 liegen im Bereich zwischen $6\% \pm 2\%$ und $2,5\% \pm 2\%$. Die Werte für die TZF 90-Proben liegen nach Lösungszutritt aufgrund des 3-1-8-Phasenzuwachses unter Lösungsverbrauch im vergleichbaren Bereich und sollten daher den realen, trockenen Porenraum widerspiegeln. Ein Indikator dafür ist

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 120 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

noch vorhandene 5-1-8 Phase. Erst wenn diese umgesetzt ist, kann sich ev. noch vorhandener Porenraum mit Lösung sättigen.

Tab. 19: Übersicht zu angeströmten A1-Proben für die Zuordnung der in Abb. 57 dargestellten Porositätswerte vor und nach Lösungszutritt.

Probenbezeichnung	Probenalter vor Lösungszutritt in [d]	Zeitraum der Anstömung in [d]	Gesamalter in [d]	aufgenommene Lösungsmenge in [mL]
TZF 60				
TZF 60-2d-LZ-587d	17	587	604	3,18
TZF 60-28d-LZ-667d	28	668	696	18,79
TZF 60-182d-LZ-865d	206	865	1071	31,03
TZF 60-365d-LZ-852d	373	852	1225	9,03
TZF 60-730d-LZ-691d	745	691	1436	25,49
TZF 60-1095d-LZ-577d	1051	577	1628	36,56
TZF 90				
TZF 90-2d-LZ-1095d	4	1095	1099	8,69
TZF 90-28d-LZ-587d	45	587	632	6,51
TZF 90-182d-LZ-582d	190	582	772	11,77
TZF 90-365d-LZ-859d	394	859	1256	18,07
TZF 90-730d-LZ-722d	742	722	1470	16,70
TZF 90-1095d-LZ-577d	1079	577	1656	26,11
TZF 120				
TZF 120-2d-LZ-657d	3	657	660	28,66
TZF 120-28d-LZ-715d	37	715	752	23,46
TZF 120-182d-LZ-615d	218	615	833	30,51
TZF 120-365d-LZ-866d	415	866	1281	25,70
TZF 120-730d-LZ-722d	770	722	1492	20,18
TZF 120-1095d-LZ-577d	1107	577	1684	44,02

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 121 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Bestimmung des Feuchtegehaltes durch Trocknung

Häufig wird der Feuchtegehalt oder Porenlösungsanteil in Baustoffen durch einfache Trocknung von Proben (z.B. bei 105°C nach DIN 18122) bestimmt. Das ist zielführend, wenn es sich um nicht oder wenig mineralisierte Porenlösung handelt und sich der Baustoff bei der Trocknungstemperatur nicht zersetzt. Für den Magnesiabaustoff und somit für den A1-Baustoff ist dieses Vorgehen nicht geeignet, da

- aus der Salzlösung (MgCl₂-haltige Porenlösung) je nach Zusammensetzung und Konzentration Hydrate (Bischofit, Carnallit, ...) auskristallisieren und sich im Zuge weiterer Temperaturerhöhung auch zersetzen können;
- die thermische Zersetzung der Bindemittelphasen (Sorelphasen) im feinpulverisierten Zustand bereits ab 50°C bis 60°C im offenen System bei entsprechend niedrigen Luftfeuchten einsetzt;
- bereits bei der Präparation entsprechender Pulverproben enthaltene Porenlösung bereits einzutrocknen beginnt oder auch Feuchtigkeit aus der Luft aufnimmt, je nachdem, welche Ionenkonzentrationen und Wasseraktivität diese aufweist;
- eine Trocknung kompakter (nicht pulverisierter) Proben in endlicher Zeit und aufgrund des z.T. stattfindenden Porenverschlusses nicht möglich ist. Mit der Ausfällung von Salzhydraten werden porenlösungshaltige Lokationen z.T. verschlossen, abgesehen vom Anteil nicht offener Porenräume im Baustoffgefüge, deren Lösungsinhalte prinzipiell nicht erfasst werden, es sei denn, die umgebende Bindemittelmatrix wird thermisch zersetzt.


Zur Veranschaulichung des Sachverhaltes wurden trockene sowie porenlösungshaltige A1-Proben pulverisiert und einer stufenweisen Trocknung bei 50°C, 60°C und 70°C unterzogen. Die Ergebnisse sind im Anhang 7 zu finden.

Alternative Methoden zur Bestimmung des Porenlösungsgehaltes

Eine Extraktion der Porenlösung mit beispielweise anschließender Karl-Fischer-Titration (Wassergehaltsanalyse), durch organische Lösungsmittel, wie Alkoholen oder Aceton, kann nicht durchgeführt werden, da sich die Sorelphasen in diesen anteilig lösen als auch mit diesen unter Alkoholat- bzw. Aduktbildung reagieren. Zudem kommt es zu Aussalzungseffekten. Die Extraktion mit hydrophoben Lösungsmitteln ist ebenso nicht möglich, da diese nicht oder nur begrenzt mit wässrigen Phasen mischbar sind.

Versuche zur Visualisierung der Lösungswegsamkeiten

Für den jeweils 3 Jahre im TZF abgebundenen A1-Probekörper wurde die Zutrittslösung mit Fluoreszin versetzt, um nach deren späterem Ausbau aus den Messzellen das lokale Eindringverhalten bzw. die Reichweite der Lösungsfront innerhalb des Probekörpers unter UV-Licht erkennen zu können (gelb-grünes Leuchten des Fluoreszins). Die Abb. 58 und Abb. 59 zeigen anhand des Fluoreszins eine fleckenhafte Ausbreitung der Lösung über die Mantelfläche

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 122 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

der Probekörper TZF 60-1095d-LZ-577d und TZF 120-1095d-LZ-577d, welche im Fall der TZF 120-Probe am stärksten ausgeprägt ist (diese Probe hat die meiste Lösung aufgenommen, s. Tab. 15) als im Fall der TZF 60-Probe. Dagegen sind im Probeninnenraum keine fluoreszierenden Bereiche, die das Vorhandensein von Lösung anzeigen würden, vorhanden.

Gleiches wurde für die TZF 90-Probe festgestellt (Abb. 59). Auf der Mantelfläche zeigt das Fluoreszin konform mit dem Verschwinden der 5-1-8 Phase das Vordringen der Lösungsfront von 2 cm bis 3 cm in den Probekörper hinein an. Im Probeninneren ist dieses jedoch ebenfalls nicht mehr sichtbar. Die Lösung ist aber auch dahin vorgedrungen, was der veränderte Phasenbestand mit Abnahme oder gänzlicher Umwandlung der 5-1-8 Phase in die 3-1-8 Phase anzeigt. Die lokale Reichweite der Lösung im Probeinneren variiert dabei um einige Zentimeter. So wurde lokal in Probentiefen von 4 cm bis 7 cm die 5-1-8 Phase als umgewandelt analysiert (Abb. 7.2.18).

Bezüglich der Fluoreszin-Sichtbarkeit wird vermutet, dass dieses von den Bindemittelphasen adsorbiert wurde und nur dort zu erkennen ist, wo über längere Zeit vergleichsweise viel Lösung anstand bzw. vorgedrungen ist. Das betrifft die Mantelflächenbereiche und den darüber verbundenen Kontaktbereich zur Metallhülse, in welcher das Thermoelement speziell bei diesen drei Probenzellen eingebettet war. Dieses Lösungseindringverhalten wurde bereits für die TZF 120-1095d-LZ-577d-Probe im Verlauf der Lösungsdruckbeaufschlagung anhand des Lösungsdurchtrittsverhaltens festgestellt (s. oben).

Letztendlich ist Fluoreszin damit nicht unbedingt zur Kenntlichmachung eindringender Lösung im Fall von Sorel- bzw. Magnesiabaustoffrezepturen geeignet.

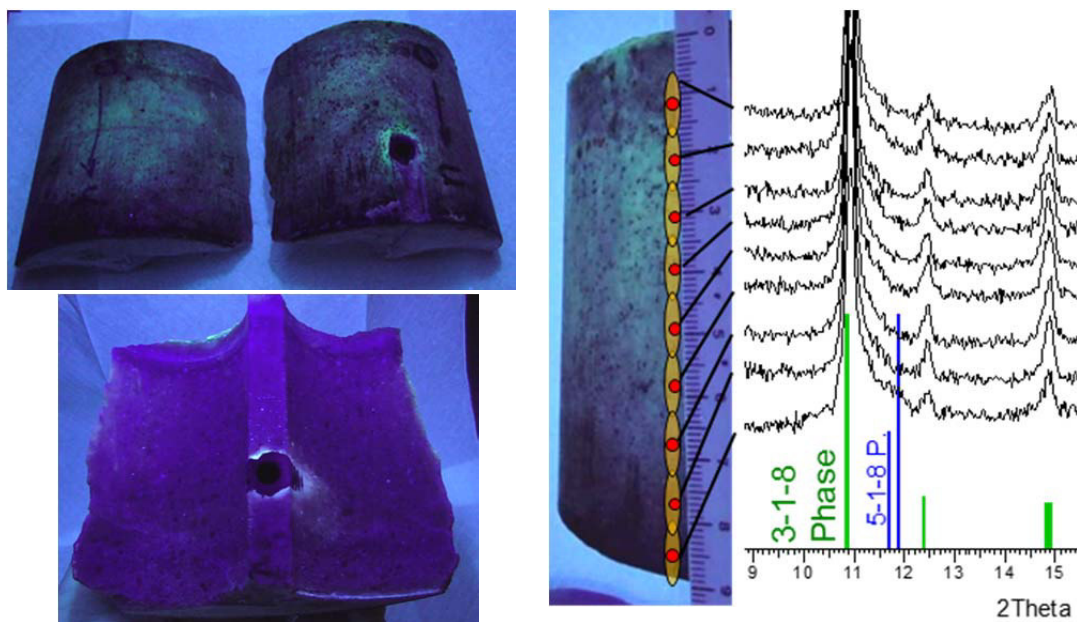



Abb. 58: A1-Probe TZF 60-1095d-LZ-577d, für welche die Zutrittslösung mit Fluoreszin (gelbgrüne Fluoreszenz unter UV-Licht) versetzt war. Mantelflächen der Probekörperhälften (oben links) und Innenseite (unten links) nach auspressen und Prüfkörpergewinnung sowie ortsaufgelöster Phasenanalyse entlang der Mantelfläche (rechts)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 123 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

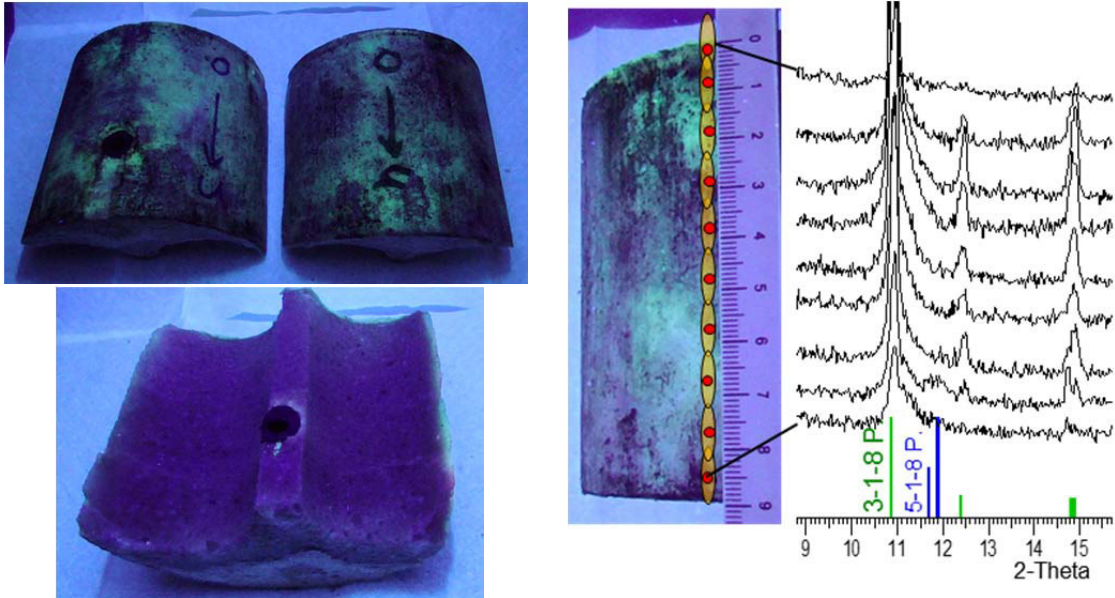



Abb. 59: A1-Probe TZF 120-1095d-LZ-577d, für welche die Zutrittslösung mit Fluoreszin (gelbgrüne Fluoreszenz unter UV-Licht) versetzt war. Mantelflächen der Probekörperhälften (oben links) und Innenseite (unten links) nach auspressen und Prüfkörpergewinnung sowie ortsaufgelöster Phasenanalyse entlang der Mantelfläche (rechts)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 124 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

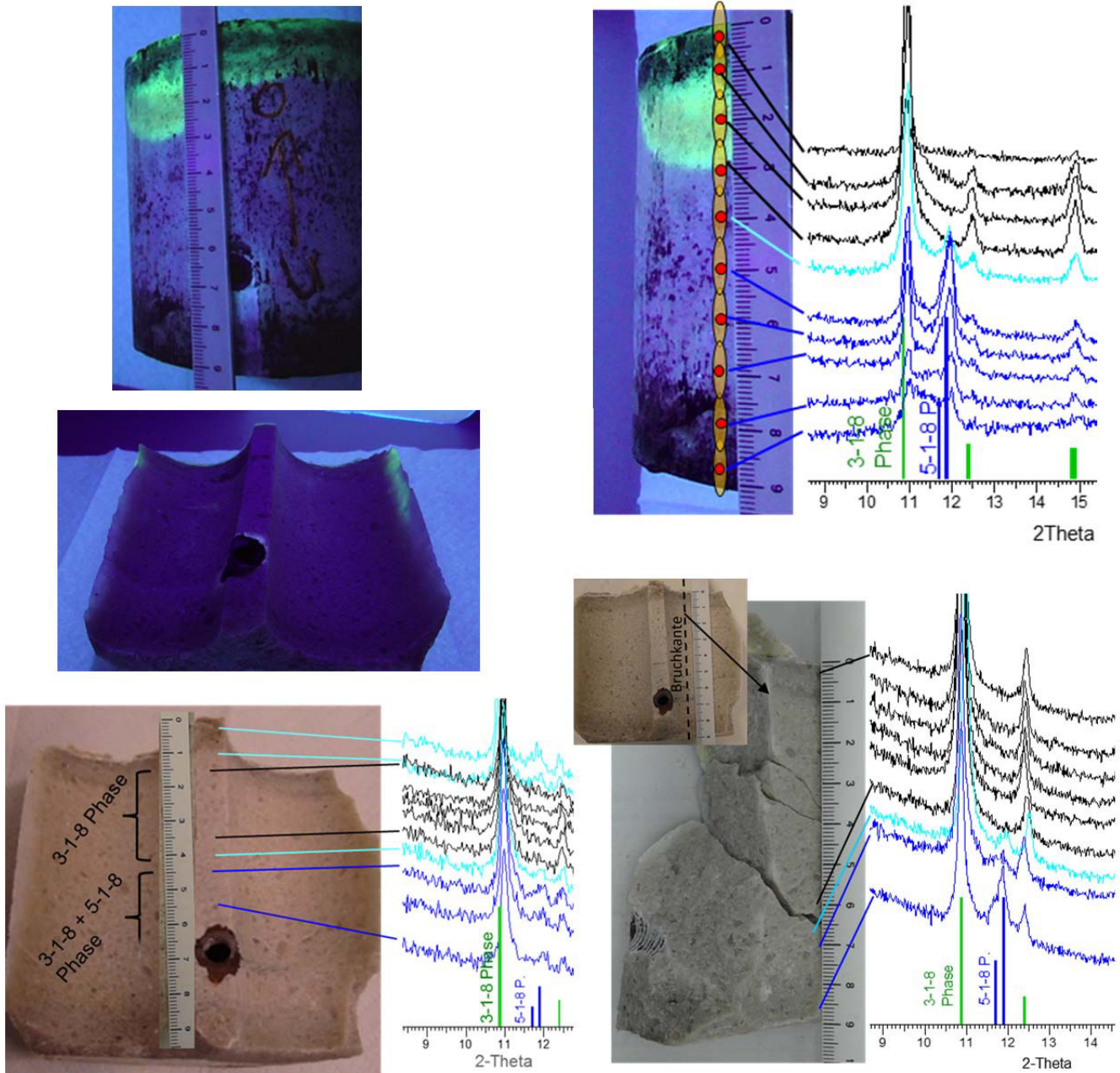


Abb. 60: A1-Probe TZF 190-1095d-LZ-577d, für welche die Zutrittslösung mit Fluoreszin (gelbgrüne Fluoreszenz unter UV-Licht) versetzt war. Mantelfläche nach auspressen des Probekörpers und Innenseite einer Probekörperhälfte nach Prüfkörpergewinnung mit zugehörigen orts aufgelösten Phasenanalysen und anhand lokal aus dem Innenbereich entlang der markierten Bruchkante (Bild unten rechts) entnommen pulverisierten Proben

Anhand der Ergebnisse der orts aufgelösten Phasenanalyse ist anzunehmen, dass die Lösungsfront entsprechend Abb. 61 in den Probekörper TZF 90-1095d-LZ-577d vorgedrungen ist bis aufgrund der 5-1-8 Phasenumwandlung in die 3-1-8 Phase ein Verschluss des lösungszugänglichen Porenraums wirksam wurde.


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 125 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	



Abb. 61: Annahme der Ausbreitung der Lösungsfront in A1-Proben aus dem TZF 90 (3-1-8 und 5-1-8 Phase im Bindemittelphasenbestand) bis durch die Kristallisation von 3-1-8 Phase aus 5-1-8 Phase der lösungszugänglichen Porenraums wirksam verschlossen ist

Die Auswertung der REM-Aufnahmen der Proben nach Lösungszutritt im Vergleich zu den Proben vor Lösungszutritt lassen keine visuell sichtbaren Unterschiede erkennen, weshalb auf deren Darstellung verzichtet wurde.

5.2.3 Geomechanische Probencharakterisierung

Die Ergebnisse der geomechanischen Charakterisierung aller Proben nach Lösungszutritt befinden sich als Sammeldarstellung in Anhang 6 (Anhang 6.1 bis Anhang 6.18). Dabei ist zu beachten, dass für die drei 1095d-Proben wegen der eingebauten Temperaturfühler nur die Herstellung von 2 Prüfkörpern möglich war und dass beim Auspressen der Probe TZF 120-365d-LZ-866d der Prüfkörper zerstört wurde¹⁶.

Triaxiale isotrope Druckversuche – isostatisches Kompaktionsverhalten

Die Messkurven zur Darstellung des Belastungs- und zeitabhängigen Setzungsverhaltens der A1-Proben nach Anströmung, die zumindest teilweise aufgesättigt wurden, unterscheiden sich qualitativ nicht von den Messkurven für die unangeströmten Proben (Abb. 39). Nach Abb. 62 liegen die Messkurven der zwei Belastungsregimes (schnell / langsam) im Streubereich der unangeströmten Proben. Dies ist unerwartet, weil Proben, deren Porenraum weitgehend aufgesättigt ist, nach dem Anströmprozess vergleichsweise steifer sein müssten, als Proben mit nur einem luftgefüllten Porenraum (geringere Gesamtverformungen). Offenbar ist der Effekt von zumindest lokalen Kompressibilitätsunterschieden hier so gering, dass alle Messkurven innerhalb und unsystematisch im Rahmen des grau unterlegten Bereiches liegen (Streubereich).

¹⁶ Im Gegensatz zum Untersuchungsprogramm mit drei Proben (Abschnitt 4.2.4) erfolgte für die TZF 1095d-Proben jeweils an der Permeabilitäts-Probe nach Beendigung der Messung zusätzlich noch die Bestimmung des Setzungsverhaltens bei schneller Belastung sowie die Bestimmung der triaxialen Druckfestigkeit (MOHR-COULOMB-Parameter) als Mehrstufenversuch.

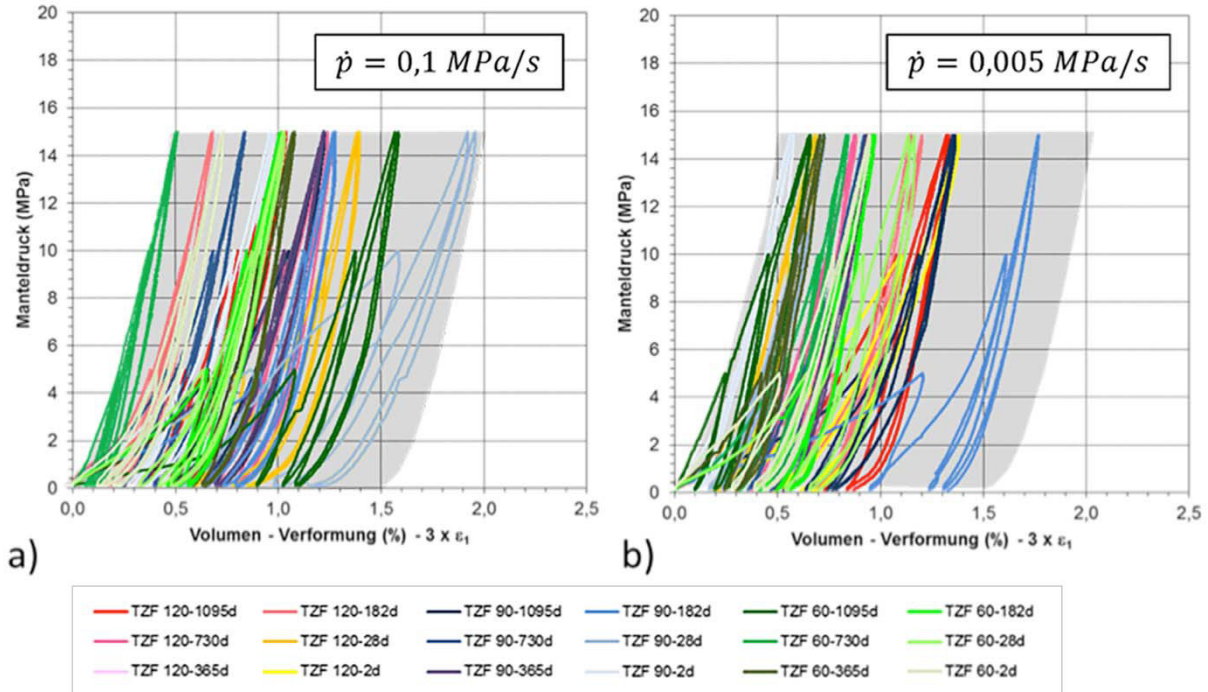


Abb. 62: Isotrope Kompaktion von A1-Proben (nach Anströmung mit MgCl₂-Lösung): Spannungs-Verformungskurven (a) bei „schneller“ Belastung ($\dot{p} = 0,1 \text{ MPa/s}$) bzw. (b) bei „langsamer“ Belastung ($\dot{p} = 0,005 \text{ MPa/s}$)

Triaxiales Festigkeitsverhalten

Auch das triaxiale Festigkeitsverhalten der angeströmten Proben unterscheidet sich nicht signifikant oder systematisch von Verhalten der unangeströmten Proben. Wie Abb. 63 für die angeströmten Proben zeigt, liegen alle Datensätze innerhalb des für die unangeströmten Proben abgeleiteten Referenzfeldes (grün gestrichelte Umrandung in Abb. 63 und Abb. 64. Der für die unangeströmten Proben beobachtete Trend im Festigkeitsverhalten (TZF 90 \approx TZF 60 > TZF 120) wird auch hier wiedergefunden, mit Ausnahme der TZF 60-1095d-LZ-577d–Probe.

Bei Betrachtung der Daten im Detail wandern scheinbar die Festigkeiten für einzelne Proben nach Lösungszutritt in Richtung untere Grenze der Bandbreite des Probenspektrums, wie am Beispiel der Probe TZF 120-1095d in Abb. 64 dargestellt ist. Der Vergleich mit dem Referenzprüfkörper aus Untersuchungsfeld 1 (nicht angeströmt) zeigt eine Festigkeitsabnahme um ca. 10%. Andererseits ist aber auch eine Zunahme der Festigkeit nach Lösungszutritt für andere, einzelne Proben zu beobachten (z.B. für die Proben TZF 60-730d und TZF 120-182d u.a.) bzw. es zeigen sich gar keine Unterschiede (Proben TZF 60-182d, TZF 120-730d sowie der TZF 90-28d, -182d und -365d-Proben). Diese Änderungen stehen in keinem Zusammenhang mit den jeweils von der Probe aufgenommenen Lösungsmengen (Tab. 15). Das bedeutet, dass die einzelnen Änderungen nicht auf den Lösungszutritt zurückzuführen sind, sondern es sich um eine unsystematische Streuung

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 127 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

innerhalb des grün umrahmten Bereiches (Festigkeits-Streubereich der A1-Baustoffrezeptur) handelt.

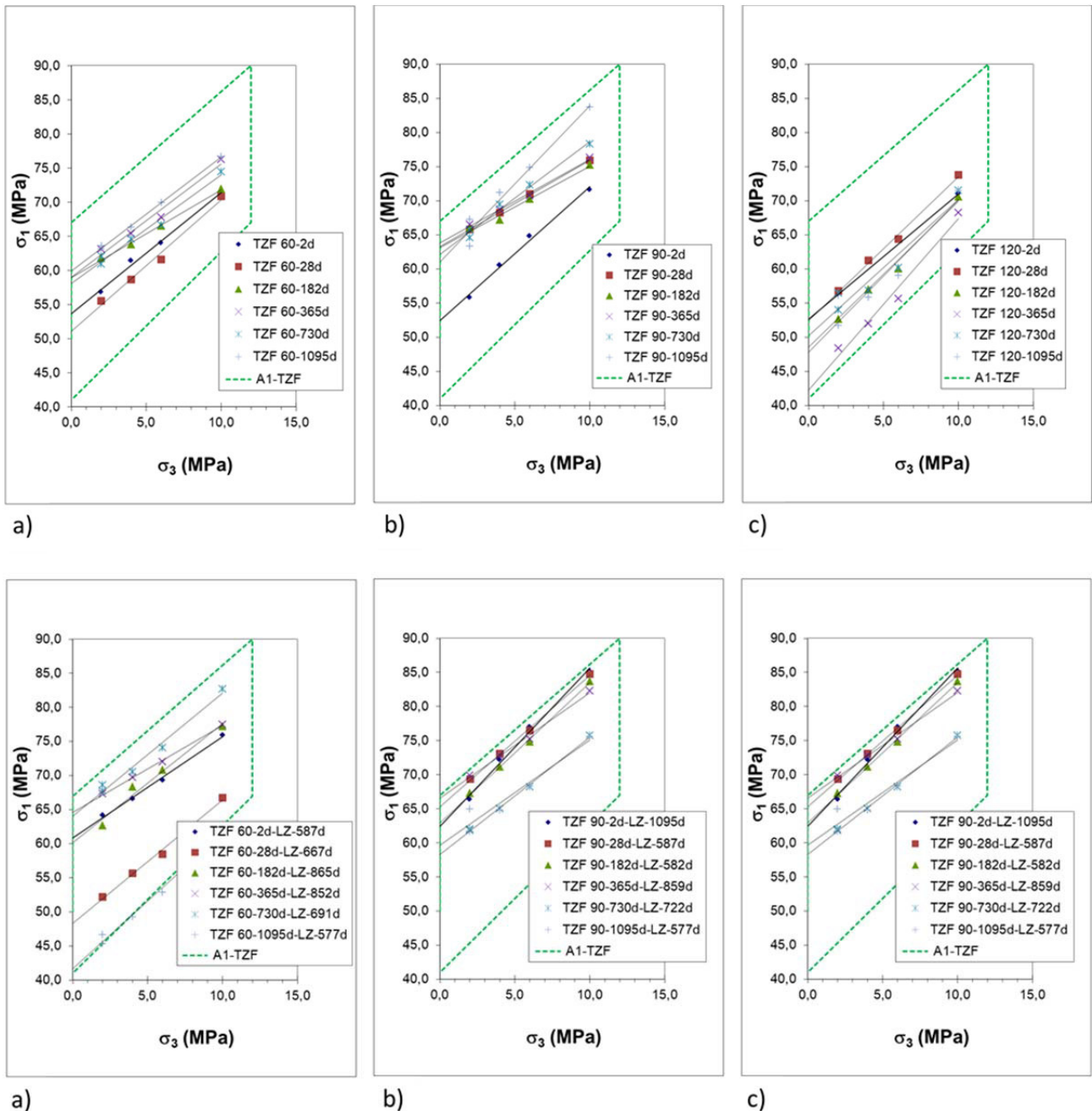



Abb. 63: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramme für die A1-Proben (oben: vor Anströmung, entspricht Abb. 41) und (unten) nach Anströmung; a) TZF 60-Proben; b) TZF 90-Proben und c) TZF 120-Proben. Das Referenzfeld aller A1-Proben (unangeströmt / angeströmt) entspricht der grün gestrichelten Umrandung

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 128 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

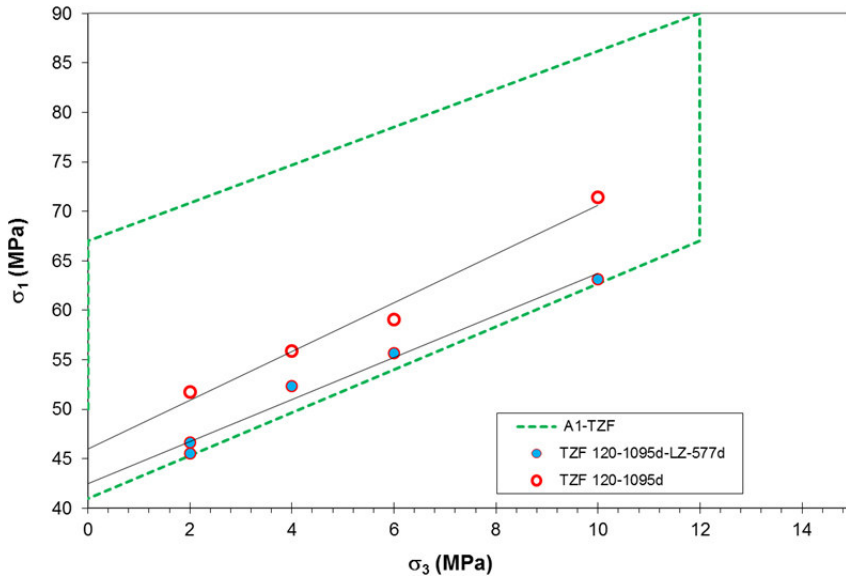



Abb. 64: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramm für die TZF 120-1095d-Probe vor und nach Anströmung im Referenzfeld aller A1-Proben (unangeströmt / angeströmt) entspricht der grün gestrichelten Umrandung

Bei der visuellen Inspektion der Versuchskörper nach den Festigkeitsversuchen zeigen sich die nicht angeströmten Proben (Bsp. Probe TZF 120-365d, links in Abb. 65) nahezu ideal tonnenförmig verformt (als Folge der Ausbildung sich staffelartig überlagernder Scherbrüche in den Raumdiagonalen). Für die angeströmten Proben, äußert sich die tonnenförmige Ausbuchtung über den Bereich der Probe, der anteilig mit Lösung gesättigt ist. In Abb. 65 (Mitte) ist das für die Probe TZF 120-2d gezeigt, welche etwa 27 mL Lösung (innerhalb von 657 Tagen) aufgenommen hat und eine Sättigung in Bezug auf die gesamte Probe von ca. 65% erreicht. Dieser Anteil verteilt sich damit nicht auf die gesamte Probe, sondern zu 100% auf die oberen 2/3 der Probe („Pilz- oder knollenförmige Verformungsgeometrie“), was auch durch die Porositätswerte in Abb. 57 bestätigt wird (im unteren Probendrittel wird mit 5% ein Wert für unangeströmte Proben und im oberen Bereich mit 3% ein porenlösungshaltiger Bereich angezeigt). Letztendlich wird damit indirekt sichtbar, bis wohin sich die Lösungsfront in der Probe ausgebreitet hat, was mit der Dotierung der Zutrittslösung durch Fluoreszin nicht möglich war.

Im Fall der vollständig durchströmten und aufgesättigten Probe TZF 120-1095d (44 mL Lösung) ist die Probenform nach dem Festigkeitsversuch wieder als nahezu ideal tonnenförmig (rechts in Abb. 65) – umgekehrt wiederum der indirekte Nachweis, dass sich die Lösungsfront gleichmäßig über die gesamte Probe ausgebreitet hat.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 129 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

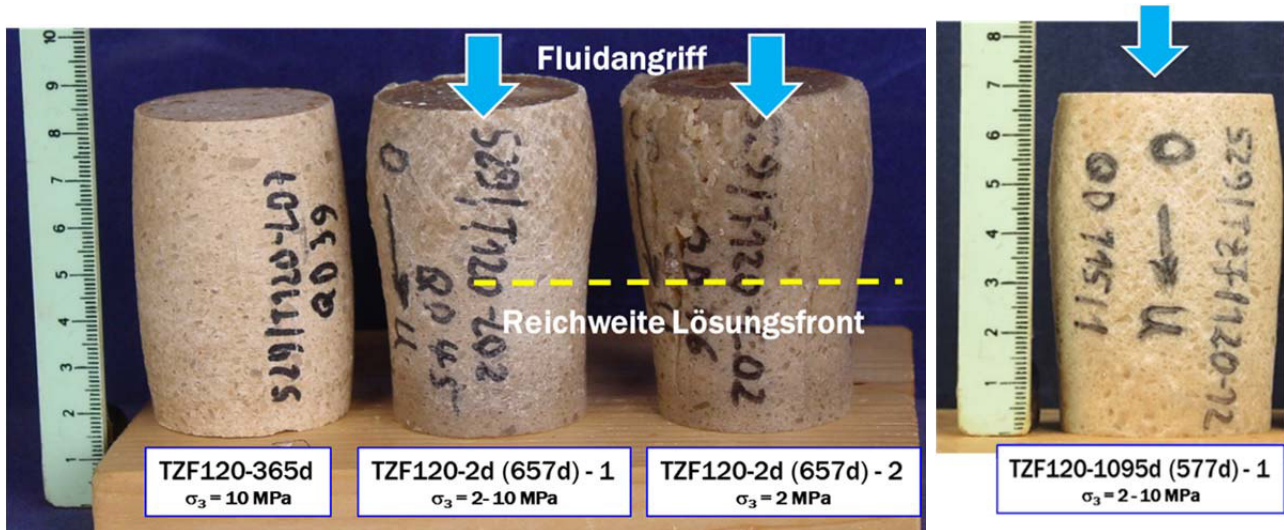


Abb. 65: Vergleich der Verformung von Prüfkörpern mit unterschiedlichem Lösungssättigungszustand nach Mehrstufenversuch mit $\sigma_3 = 2 \cdot 10 \text{ MPa}$ (links: Prüfkörper aus Probe TZF 120-365d unangeströmt; Mitte: zwei Prüfkörper der teilgesättigten Probe TZF 2d-LZ-657d nach Lösungsdruckbeaufschlagung; rechts: Prüfkörper der vollständig gesättigten Probe TZF 120-1095d-LZ-577d)

Relaxationsverhalten

Das Relaxationsverhalten der angeströmten Proben (Abb. 42) unterscheidet sich nicht stark vom beobachteten Verhalten der unangeströmten Proben. Entsprechend dem Trend im Festigkeitsverhalten zeigen die Proben aus TZF 90, insbesondere nach Anströmung, aufgrund des deutlichen 5-1-8-Phasenanteils und folglichem Festphasenzuwachses an 3-1-8 Phase im Baustoffgefüge nach Lösungszutritt ein geringeres Relaxationsverhalten. Nach der zumindest teilweisen Aufsättigung hat sich dieser Effekt im Vergleich zu den unangeströmten Proben noch minimal verringert. Die Proben aus TZF 120 (mit ausschließlich 3-1-8 Bindemittelphase) weisen ein etwas stärkeres Relaxationsverhalten auf (einschließlich zweier TZF 60-Proben). Dies weist offensichtlich auf einen geringen Festigkeitsverlust bzw. „Erweichung“, als Folge geringer Gefügeumbildungen (Umkristallisation der 3-1-8 Phase) in Gegenwart eingedrungener Lösung über den Porenraum hin.



Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 130 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

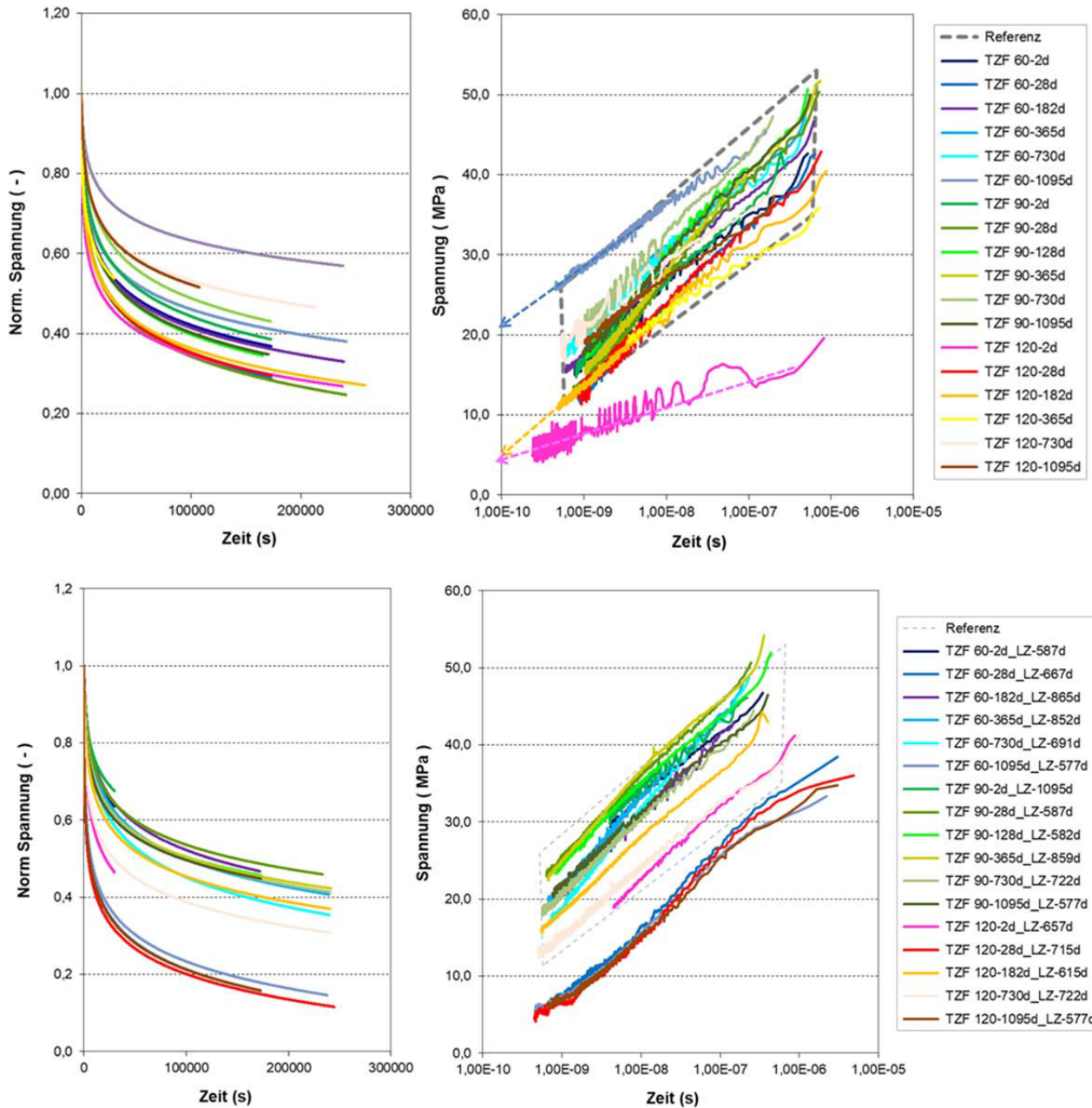



Abb. 66: Relaxationsverhalten (oben) der unangesrömt A1-Proben (entsprechend Abb. 42) und (unten) der angesrömt Proben; a) Spannungsabfall (normiert auf Startwert) vs. Zeit; b) Transformierter Spannungsverlauf vs. log Kriechrate

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 131 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	


5.3 ERGEBNISSE VON UNTERSUCHUNGEN AN ALT-A1-PROBEN

Alt-A1-Proben (Abschnitt 4.1) wurden vergleichend zu den hier hergestellten Laborproben untersucht. Dafür wurde Probenmaterial durch eine Kernbohrung aus einem Bauwerk gewonnen, welches 2007 untertägig auf der Schachtanlage Asse II betoniert wurde und noch keinem Lösungskontakt ausgesetzt war. An diesem Probenmaterial wurde der Phasenbestand ermittelt, das Festigkeitsverhalten anhand eines triaxialen Mehrstufenversuches durchgeführt sowie das Verhalten gegenüber Lösungszutritt mit einem Durchströmungsversuch untersucht.

5.3.1 Probenherkunft

Die Alt-A1-Probekörper wurden durch eine 10 m-lange Kernbohrung im Mai 2012 aus dem im April 2007 mit A1-Baustoff verfüllten ehemaligen Vorratsbunker (WLS-775-2) auf der 750-m-Sohle mittels einer 131 mm Durchmesser-Bohrung (saiger stehend) gewonnen. Die Kerndokumentation in Abb. 67 zeigt, dass das Material beim Bohren stark beansprucht wurde, weshalb der Kern unterschiedlich (tw. kleinstückig oder als intaktes Kernsegment bis 60 cm-Länge vorliegend) gebrochen und bereichsweise mit Kernverlusten vorlag (z.B. 0 m – 1 m, 4,35 m – 4,93 m).

Für das Bauwerk liegen keine messtechnischen Daten zur Temperatur- und Druckentwicklung vor, auch für keine anderen Bauwerke aus A1-Baustoff mit Ausnahme der Pilotströmungsbarriere PSB A1, dem Blindschacht 4-Versuch sowie der Verfüllung des Kavernenhalses (Schacht Asse 4). Letztere waren aber nicht mehr zugänglich und / oder stehen mit Lösung in Kontakt, weshalb keine Einordnung des Probematerials bezüglich des durchlaufenen Abbindeprofiltemperaturprofils möglich ist. Mit der Probekörpergewinnung im Jahre 2012 liegen mit dem 5 Jahre alten Material jedoch repräsentative Proben hinsichtlich eines vollständig abgeschlossenen Abbindeprozesses vor.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 132 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018


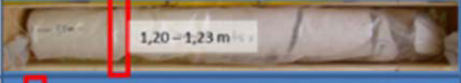












Kernkiste 1: 0,0 – 1,0 m	
Kernkiste 2: 1,0 – < 2 m	
Kernkiste 3: < 2,0 – ca. 2,70 m	
Kernkiste 4: 2,70 – 3,43 m	
Kernkiste 5: 3,43 – 4,35 m	
Kernkiste 6: 4,35 – 4,93 m	
Kernkiste 7: 4,93 – 5,70 m	
Kernkiste 8: 5,70 – 6,44 m	
Kernkiste 9: 6,44 – 7,05 m	
Kernkiste 10: 7,05 – 7,95 m	
Kernkiste 11: 7,95 – 8,75 m	
Kernkiste 12: 8,75 – 9,43 m	
Kernkiste 13: 9,43 – 10,0 m	

Abb. 67: Dokumentation des Bohrkernmaterials, gewonnen aus dem mit A1-Baustoff verfüllten, ehemaligen Vorratsbunker auf der 750-m-Sohle der Schachanlage Asse II; errichtet im April 2007; Gewinnung der Bohrkern im Mai 2012; rote Markierungen: Proben für geochemische Phasenuntersuchungen (mit Angabe der Kernteufe); grüne Markierung: Probe für Durchströmungsversuch

5.3.2 Phasenbestand

Der Phasenbestand der Alt-A1-Probekörper wurde qualitativ mittels Röntgenpulverdiffraktometrie an Probenmaterial aus den rot markierten Bereichen in Abb. 67 bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tab. 20 zusammengefasst. Demnach besteht dieser Alt-A1 ausschließlich aus 3-1-8 Bindemittelphase neben dem Steinsalzzuschlag (NaCl mit etwas Anhydrit). Lediglich nach 4 m Bohrkernlänge (Kernkiste 5) wurde im entsprechenden Probenmaterial etwas 9-1-4 Phase neben der 3-1-8 Phase nachgewiesen. Es wurde generell keine 5-1-8 Phase vorgefunden.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 133 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		


Eine quantitative Phasenanalyse erfolgte an Probenmaterial bei Bohrkernlänge 8,00 m - 8,50 m (Kernkiste 11) aus grün markiertem Bereich in Abb. 67. Der Anteil der 3-1-8 Phase wurde mit 33,5 Ma.% ± 2 Ma.% neben dem Steinsalzanteil von 64 Ma.% ± 2 Ma.% bestimmt. Der amorphe Phasenanteil lag <1 Ma.%. Mittels Quecksilberdruckporosimetrie wurde eine Porosität von 7,4% bestimmt.

Tab. 20: Phasenbestand der Alt-A1-Proben aus rot markierten Bereichen in Abb. 67

Nr.	3-1-8 Phase	5-1-8 Phase	9-1-4 Phase	NaCl	Anhydrit
Kernkiste 1	+	-	-	+	+
Kernkiste 2	+	-	-	+	+
Kernkiste 3	+	-	-	+	+
Kernkiste 4	+	-	-	+	+
Kernkiste 5	+	-	+	+	+
Kernkiste 7	+	-	-	+	+
Kernkiste 8	+	-	-	+	+
Kernkiste 10	+	-	-	+	+
Kernkiste 11	+ (33,5 Ma.% ± 2 Ma.%)	-	-	+ (64 Ma.% ± 2 Ma.%)	+
Kernkiste 12	+	-	-	+	+
Kernkiste 13	+	-	-	+	+

Aus dem gesamten Befund leitet sich ab, dass die bei der Verfüllung des Vorratsbunkers auf der 750-m-Sohle umgesetzte A1-Rezeptur keinesfalls einen MgO-Anteil von >11,3 Ma.% enthielt. Mit einem amorphen Phasenanteil von <1 Ma.% wurde der MgO-Anteil auch nicht nachweislich unterschritten, zumindest nicht in Bezug auf die Anmischlösung, da für diesen Fall ein verbliebender Porenlösungsanteil (als höherer amorpher Phasenanteil) identifiziert werden müsste. Auch mit einem Porositätswert von 7,4% ist das Alt-A1-Probenmaterial direkt der ausgewiesenen A1-Rezeptur zuzuweisen (auch wenn dieser Wert um ca. 1% höher liegt im Vergleich zum mittleren Wert der untersuchten Laborproben). Die Abbindezeit muss über einen längeren Zeitraum oberhalb von 80°C gelegen haben, was sich aus dem Vorhandensein der 9-1-4 Phase ableitet. Dass diese Phase noch vorhanden ist, weist aber auch auf eine vereinzelte lokale Inhomogenität bezüglich des MgO- und Anmischlösungsanteils hin (MgO-Agglomerate nicht vollständig durchfeuchtet).

Das gesamte Probenmaterial enthält keinerlei 5-1-8 Phase, sodass bei einem sekundären Lösungskontakt keine Expansion oder Expansionsdruckentwicklung unter Einspannung für diese Alt-A1-Probekörper zu erwarten ist.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG						Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1	
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 134 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

5.3.3 Festigkeit und Verhalten bei Lösungszutritt

Zur exemplarischen Bestimmung des Festigkeitsverhaltens wurde ein Prüfkörper aus dem Bohrkernmaterial der Kiste 11 (7,95 m – 8,75 m, Abb. 67) gewonnen. Aus dem daran durchgeführten triaxialen Mehrstufenversuch resultiert eine MOHR-COULOMB-Gerade (Abb. 68), die im mittleren Bereich bis unterem Drittel der A1-Proben (ESA-A1-Referenzfeld, s. Abb. 63), aber im oberen Bereich der A1-Asse-Proben aus der Qualitätskontrolle des Baus von Strömungsbarrieren (A1-Asse-SB-Proben, Abschnitt 5.4) liegen. Mit dem bestimmten einaxialen Festigkeitswert von $\sigma_{1\max\text{-uniaxial}} \text{ (extrapoliert)} = 47,5 \text{ MPa}$ wird für den A1-Baustoff mit ausschließlich 3-1-8 Bindemittelphase eine relativ hohe Festigkeit, insbesondere auch im Vergleich zu den Asse-A1-SB-Proben vorgefunden.

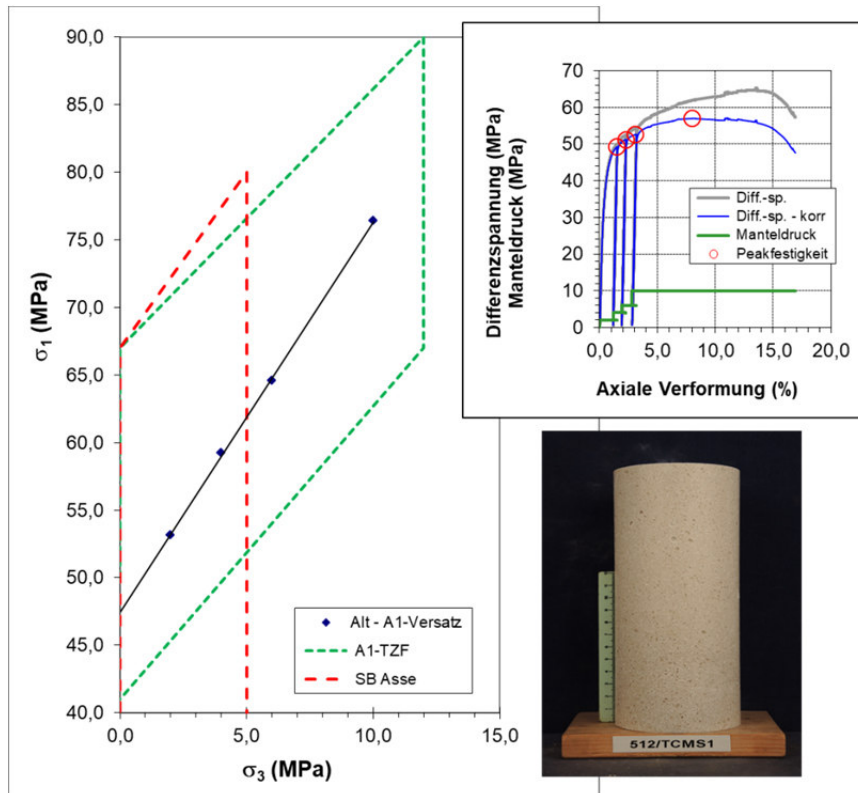



Abb. 68: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramm von einem Alt-A1-Kernstück (ca. 8,42 m – 8,62 m, aus Kiste 11 in Abb. 67) im Vergleich zum ESA-A1-Datenfeld (grün gestrichelt umrandet) sowie dem Datenfeld von A1-Asse SB-Proben aus der Qualitätskontrolle des Baus von Strömungsbarrieren (Asse-GmbH), (rot gestrichelt umrandet – s. Abb. 76). Das Inset zeigt die Spannungsdehnungskurven des Mehrstufenversuchs neben dem Alt-A1-Prüfkörper vor dem Versuch.

Für die Untersuchungen zur Bestimmung der Durchlässigkeit des kompakten Probenmaterials und dem Verhalten des Baustoffes gegenüber Lösungszutritt wurde ebenso Kernmaterial aus der Kernkiste 11 herangezogen, für welchen Bereich auch die quantitative Phasenanalyse vorliegt (Abschnitt 5.3.2).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 135 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

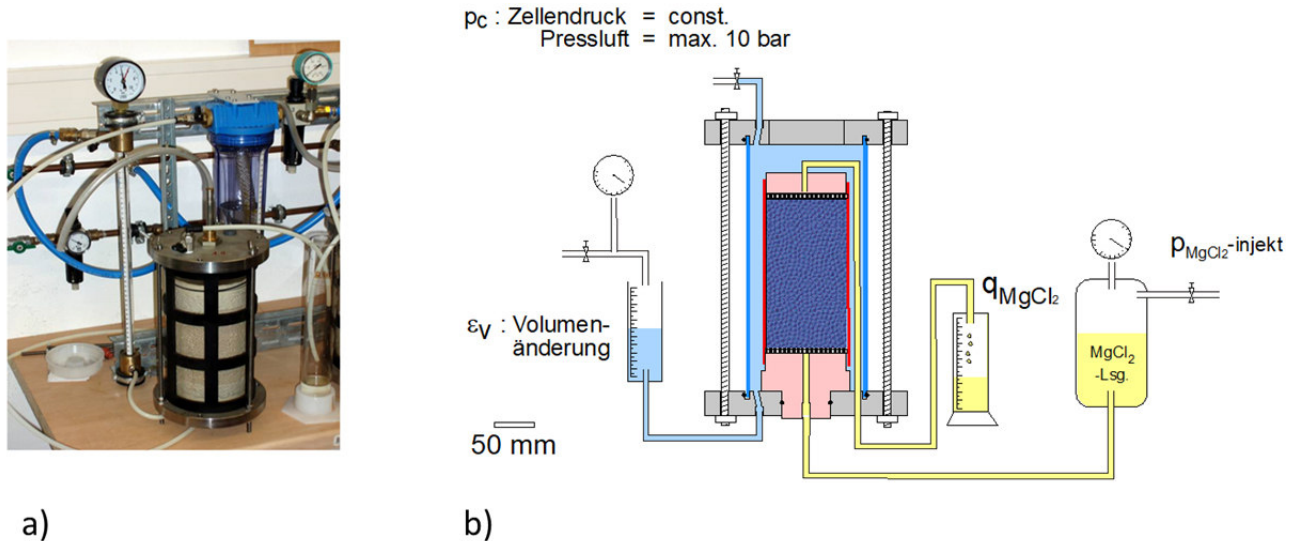


Abb. 69: Versuchsanordnung zur Durchströmung und Bestimmung der Volumenänderung von zylindrischen Proben ($d = 98 \text{ mm}$, $l = 115 \text{ mm}$)

Als Vorversuch wurde ein zylindrischer Prüfkörper hergestellt und in die in Abb. 69 dargestellte Zelle eingebaut und mit 2 bar hydrostatisch belastet. Anschließend wurde die Probe mit MgCl_2 -Lösung angeströmt und über einen Zeitraum von ca. 5 Wochen die Einströmrates und die Volumenänderung der Probe beobachtet.

Wie in Abb. 70 dargestellt, ergab sich mit Aufgabe des hydrostatischen Druckes eine signifikante Kompaktion bis ca. 3%, die sich danach zeitlich noch fortsetzte. Mit nachfolgendem Beginn der Anströmung nahm die Probe kontinuierlich Lösung auf, wobei im Versuchszeitraum kein Lösungsaustritt beobachtet wurde. Als Anströmpermeabilität wurde ein Wert von ca. $5 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$ bestimmt. Im Versuchszeitraum von 37 Tagen hat die Probe 45 mL Lösung aufgenommen und zeigte dabei erwartungsgemäß keine Expansionsdruckentwicklung.

Ein 2. Versuch, bei dem ein Alt-A1-Kernstück in eine Zelle analog Abb. 4 eingesetzt wurde, bestätigte die Ergebnisse. Die Probe war möglichst genau in das Probenrohr eingepasst worden, wobei es allerdings zu einer kontinuierlichen Um- / Durchströmung des zylindrischen Probekörpers kam ($k \approx 3 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$). Gleichzeitig wurde während der Lösungsdruckbeaufschlagung mittels der radialen DMS bzw. nach Entlastung des Lösungsdrucks in axialer Richtung kein Expansionsdruck gemessen.

Insgesamt bestätigen beide Versuche aufgrund des vorliegenden Phasenbestandes (keine 5-1-8 Phase), dass für den hier vorliegenden Alt-A1 kein Expansionsverhalten bei Lösungszutritt zu beobachten ist. Mit der bestimmten Anströmpermeabilität von $5 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$ liegt der Wert im Bereich von Sorelbaustoffrezepturen mit ausschließlich 3-1-8 Bindemittelphase.

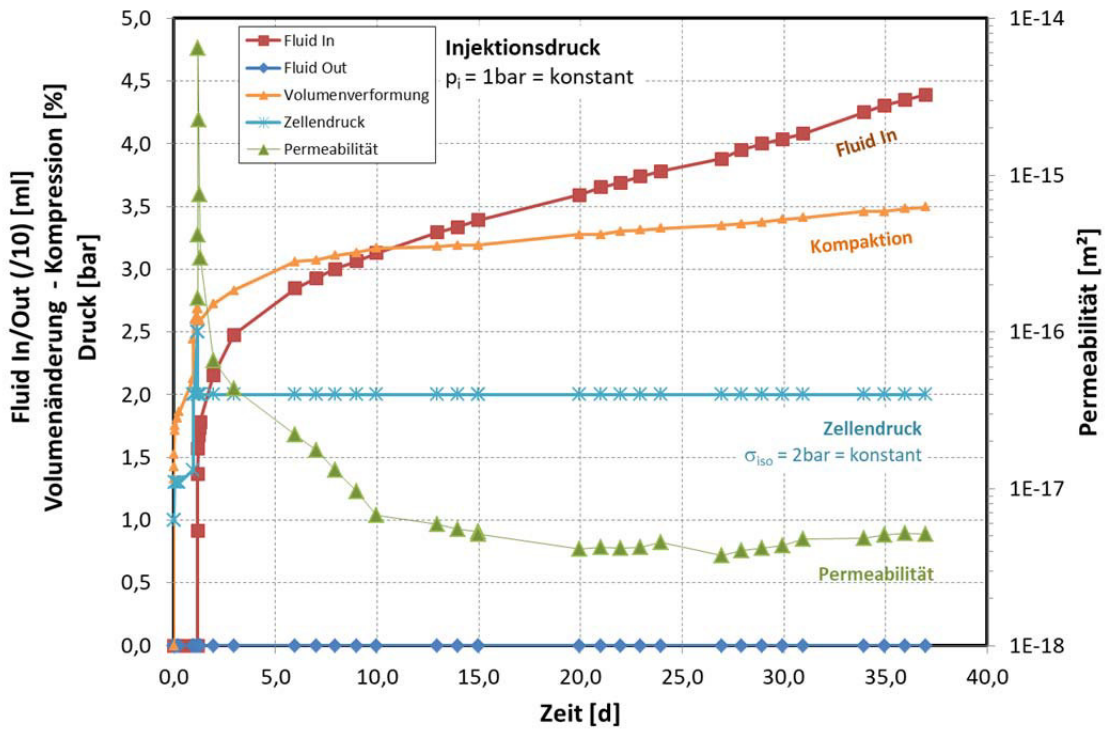


Abb. 70: Verhalten einer Alt-A1-Probe (ca. 8,20 m – 8,35 m) gegenüber Lösungszutritt


Das Alt-A1-Probenmaterial ordnet sich mit diesen Ergebnissen vollständig in das Eigenschaftsbild der im Rahmen dieses Untersuchungsprogramms hergestellten und systematisch untersuchten Laborproben der A1-Sorelbaustoffrezeptur ein.

5.4 VERGLEICH GEOMECHANISCHER KENNDATEN DES A1-BAUSTOFFES VOR UND NACH LÖSUNGZUTRITT MIT DER DATENBASIS ANDERER SORELBAUSTOFF-RREZEPTUREN

5.4.1 Referenzdatenbasis

Die Untersuchung der petrophysikalischen und geomechanischen Probencharakteristik zielt auf die Einordnung und Bewertung der Baustoffparameter in ein Eigenschaftsspektrum im Sinne der Anforderungen für ein späteres Schachtverschlussbauwerk ab. Der Vergleich der vorliegenden Ergebnisse zeigt, dass die Eigenschaften des A1-Baustoffes (abgebunden in den drei TZF) im Rahmen einer rezepturverarbeitungsbedingten Schwankungsbreite sich nach Lösungsdruckbeaufschlagung nicht oder nur unwesentlich verändern.

Somit ergibt sich als Schlussfolgerung, dass ein Integritätsverlust (Festigkeits- bzw. Dichtigkeitsverlust) des A1-Baustoffes bei Lösungszutritt zu einem eingespannten Bauwerk nicht abzuleiten ist. Diese Tatsache lässt sich noch stärker untersetzen, wenn Ergebnisse anderer Untersuchungen

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 137 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

an A1-Baustoffproben sowie an anderen Magnesiabaustoffrezepturen in die Betrachtung mit einbezogen werden.

Allgemeine Kennwerte des Eigenschaftsspektrums (z.B. Rezeptur, Dichten, Festigkeiten) des A1-Baustoffes sind in (DBE 2008) speziell zur Beschreibung der zur Verfüllung von Firstspalten eingesetzten A1-Rezepturvarianten dokumentiert, gelten aber auch für die hier untersuchte A1-Rezeptur.

Für den konkreten Eigenschaftsvergleich des A1-Baustoffes stehen am IfG Leipzig noch weitere Datensätze von A1-Probenmaterial zur Verfügung, die im Rahmen des von der Asse-GmbH regelmäßig praktizierten Qualitätssicherungsprogramms im Zeitraum von 2010 bis 2016 (ca. 100 Einzelproben; Stand: 21.09.2016) bestimmt wurden. Dabei werden u.a. Bohrkern aus erstellten Bauwerken bzw. Rückstellproben aus den Betonierphasen untersucht. Das im Laufe der Zeit entwickelte Untersuchungsprogramm basiert auf triaxialen Festigkeitsuntersuchungen (triaxialer Kompressionsversuch mit Bestimmung der Dilatanz) sowie isostatischen Kompaktions- und Kriechuntersuchungen zur Ableitung des Ersatzkompaktionsmoduls¹⁷.


Allerdings sind für die Durchführung dieses Qualitätssicherungsprogramms Kernmaterial größerer Menge und bevorzugt Kerne mit einem Durchmesser von 100 mm erforderlich, weshalb im Rahmen der hier durchgeführten Untersuchungen eine Bestimmung des Ersatzkompaktionsmoduls nicht möglich war (s. Abschnitt 3.5.2). Für den nachfolgenden Vergleich werden als Referenz nur die Einzelproben bezogenen petrophysikalischen Kenngrößen v_p und ρ sowie die MOHR-COULOMB-Parameter benutzt.

Für die Bewertung von Eigenschaftsänderungen (z.B. infolge von Änderungen im Bindemittelphasenbestand bei Lösungskontakt) können die Ergebnisse anderer Magnesiabaustoffrezepturen herangezogen werden, die entweder hauptsächlich auf einer 3-1-8- oder 5-1-8-Rezeptur (FREYER ET AL. 2015) basieren. Bei den verschiedenen Rezepturen handelt es sich entsprechend der in (ERCOSPLAN 2015) entwickelten Nomenklatur um:

- B2 (DBM2 - Bezeichnung des von K-UTEC für eine Verschlussmaßnahme im Endlager Morsleben entwickelten Magnesiabaustoff): 3-1-8 Rezeptur, unter Zusatz von Mikrosilica und Anhydrit;
- C3-Binder bzw. C3-Beton: 3-1-8 Rezeptur mit Quarzmehl beim C3-Binder bzw. Quarzmehl + Silikatzuschlag beim C3-Beton;
- D4 (z.B. MB10 Spritzbeton - Bezeichnung aus CARLA (GTS 2010): hier Ort- und Spritzbeton-Rezepturen als 5-1-8-Rezepturen mit Silikatzuschlag.

Die abgebundenen Baustoffe unterscheiden sich bereits makroskopisch in ihrem Erscheinungsbild (Abb. 71), z.B. aufgrund der unterschiedlichen Korngrößen der Zuschlagstoffe für Spritz- oder Ort-Beton im D4 bzw. Quarzmehl und Silikatzuschlag im C3-Beton (FREYER ET AL. 2015), im Vergleich

¹⁷ Der Ersatzkompaktionsmodul wird aus der volumetrischen Kompaktion bei der isotropen Belastung und der darauffolgenden isotropen Kriechphase ermittelt. Er charakterisiert den Kompaktionswiderstand gegenüber repräsentativen isotropen Spannungszuständen. Im Unterschied zum Kompaktionsmodul einer zügigen Belastung gilt der Ersatzkompaktionsmodul für In-situ-Kompaktionsraten.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 138 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

mit reinen Binderphasen (z.B. C3-Binder) oder Betonen mit sehr feinkörnigen Zuschlägen, wie Anhydritmehl und Mikrosilica im B2. Gleichzeitig gibt es signifikante Unterschiede in den Eigenschaften, z.B. höhere Festigkeit der 5-1-8- (z.B. D4-Beton) gegenüber der 3-1-8-Phasenrezepturen (B2 und C3).

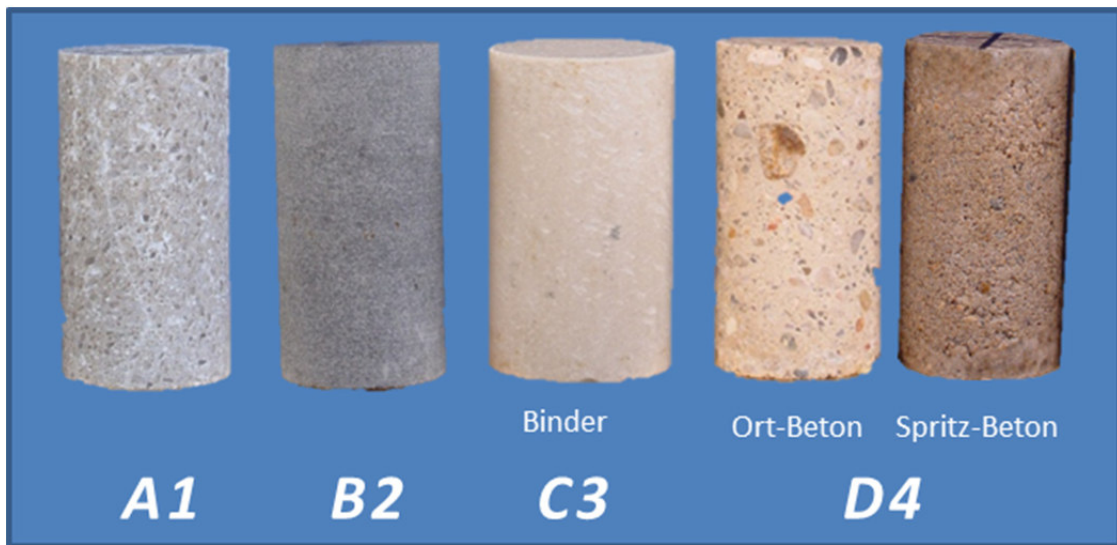



Abb. 71: Vergleich von Prüfkörpern der Magnesiabaustoff-Rezepturen: A1, B2 (DBM2), C3-Binder) und D4 (Spritz- bzw. Ort beton-Variante)

Die Baustoffeigenschaften dieser unterschiedlichen Rezepturen wurden am IfG Leipzig im Rahmen verschiedener Vorhaben bisher indexartig untersucht, d.h. die Datenbasis besteht je Rezeptur nur aus wenigen Proben. Wegen der begrenzten Probenmengen wurden deshalb möglichst effiziente Untersuchungsmethoden eingesetzt (u.a. isostatische Kompaktionsversuche mit langsamer und schneller Belastung, Mehrstufenversuche zur Festigkeitsbestimmung; Relaxationstests bei 80% der Festigkeit), die nur teilweise quantitativ belastbare Versuchsparameter liefern (z.B. sind die Relaxationstests nicht gleichwertig zur Bestimmung des Kompaktionsmoduls oder zu Kriechversuchen). Aufgrund der übereinstimmenden Untersuchungsverfahren zu denen im hier durchgeführten Untersuchungsprogramm (ESA-Vorhaben) können die Datensätze direkt als Vergleichsdaten genutzt werden. Dabei handelt es sich um die Daten aus den folgenden Vorhaben bzw. FuE-Projekten:

- Vorhaben CARLA - Untersuchungen an MgO-basiertem Ort- und Spritz-Beton mit Silikat-zuschlag (D4) – Proben aus Labor-, Technikums- und Feldansätzen (GTS 2010);
- Geomechanische und geochemische Charakterisierung vier verschiedener Sorelbeton-rezepturen (A1, B2, C3 und D4), die über Indexversuche als Laboransatz für vier Temperaturzeitfenster (TZF): TZF RT, TZF 60, TZF 90 und TZF 120 gewonnen wurden (ERCOSPLAN 2015);

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 139 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

- BMWi-FuE-Vorhaben „Zusammenhang von Chemismus und mechanische Eigenschaften des MgO-Baustoffes“ (FKZ: 02E10880) – Indexuntersuchungen an C3-Binder und -Beton sowie D4 (Spritzbeton) nach Abbinden in unterschiedlichen TZF (vor und nach Durchströmung) (FREYER ET AL. 2015).
- Laboruntersuchungen des IfG Leipzig im Jahre 2017 an MgO-Beton der Rezeptur C3 im Rahmen des FuE-Vorhabens „Schachtverschlüsse für Endlager für hochradioaktive Abfälle ELSA-Phase 2: Konzeptentwicklung für Schachtverschlüsse und Test von Funktionselementen von Schachtverschlüssen“.

5.4.2 Eigenschaftsvergleich unterschiedlicher Magnesiabaustoffrezepturen

Dichte und P-Wellengeschwindigkeit (v_p)

Die v_p -Geschwindigkeit sowie die Dichte können bereits unter Normalbedingungen (d.h. unabhängig von den physikalischen Einflussfaktoren Druck und Temperatur) stark variieren¹⁸. Beide hängen sowohl von der mineralogisch-chemischen Zusammensetzung des Matrixgefüges (einschließlich möglicher Textur- und Anisotropieeffekte der den Baustoff bildenden Phasen) als auch vom Volumenanteil, der Größe und Orientierung von Poren und Rissen sowie der Art der Porenfüllung ab, was integral über die Dichte beschrieben werden kann. Somit führt das Anströmen der Proben zu einer Zunahme der P-Wellengeschwindigkeit und der Dichte, abhängig von der erzielten Aufsättigung des Porenraums nach Anströmung.

Die im Rahmen dieser Untersuchungen erhaltenen Dichte- v_p -Variationsspektren der Einzelprüfkörper aus den A1-Probekörpern (ESA-A1) (vor und nach Anströmung) sind in Abb. 72 im Vergleich mit Messdaten an A1-Probekörpern aus in-situ-Bauwerken (Asse SB-Proben) dargestellt (unveröffentlichte IfG Leipzig-Daten von Proben aus Strömungsbarrieren der Bauphasen 2010 – 2016). Die v_p -Geschwindigkeiten variieren für das dargestellte Probenspektrum zwischen 3,80 km/s und 4,70 km/s, wobei sich ein deutlicher Trend einer Geschwindigkeitszunahme mit steigenden Probendichten (Asse Strömungsbarrieren (SB) – A1-Proben dieser Untersuchungen (unangeströmt) – (angeströmt)) ergibt.

¹⁸ Wegen der Vielzahl von Einflussparametern ist über die Geschwindigkeits-Dichte-Relation von porösen Materialien (Baustoffen) nur eine qualitative Bewertung möglicher Einflussparameter möglich.

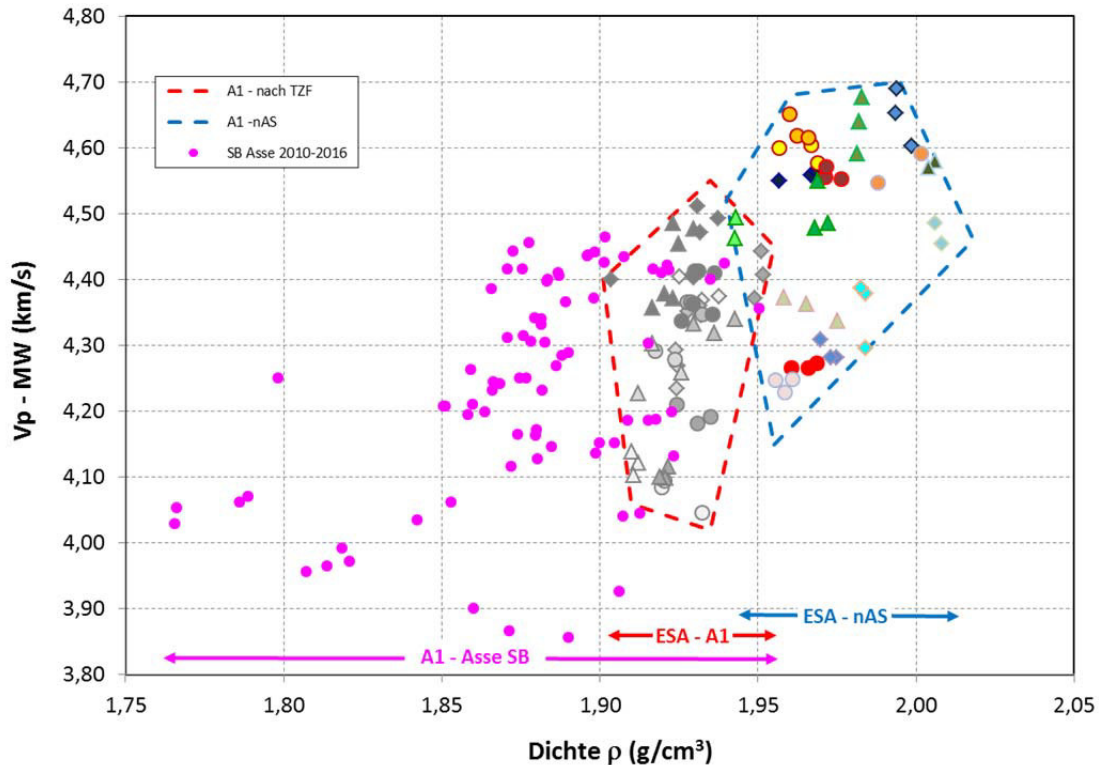



Abb. 72: Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probendichte (A1-Prüfkörper aus den drei TZF vor (ESA-A1) und nach Anströmung (ESA-nAS) im Vergleich mit Messwerten von A1-Proben aus dem Qualitätssicherungsprogramm für den Bau von Strömungsbarrieren (A1-Asse SB) - IfG Leipzig-Datenfundus)

Die Dichten von Prüfkörpern aus dem Bau von Strömungsbarrieren weisen eine erhebliche Streuung zwischen $1,77 \text{ g/cm}^3$ und $1,95 \text{ g/cm}^3$ gegenüber den im Rahmen dieser Untersuchungen hergestellten A1-Proben auf, wobei letztere innerhalb des oberen Streubereichs liegen. Diese Beobachtung ist offenbar darauf zurückzuführen, dass neben einer größeren Variabilität der Ausgangsstoffe (größere Variationen im MgO-Anmischlösungs-Verhältnis als dieses der verarbeitungstechnologisch bedingten Schwankungsbreite der ausgewiesenen A1-Rezeptur (Abschnitt 4.1) unterliegt) der in-situ eingebrachte Baustoff möglicherweise einen höheren Luftporenanteil aufweist. Mit dem in Abb. 36 dargestellten Nomogramm, welches in Abb. 73 um die A1-Asse SB-Proben ergänzt wurde, resultiert für eine Probendichte von $1,76 \text{ g/cm}^3$ (kleinster Wert der ASSE-SB-Proben) eine Porosität von ca. 14%, wenn der niedrige Dichtewert auf einen erhöhten Bindemittelphasenanteil gegenüber dem Steinsalzzuschlag oder einen erhöhten Luftporeneintrag zurückgeführt wird.

Dieses Phänomen, dass Laborproben etwas höhere Dichten als In-situ-Probekörper aufweisen, ist u.a. auch bei (DBE 2008) für unterschiedliche Laborprobenserien beobachtet worden. Im Mittel kamen unverdichtete Probekörper auf eine Dichte von $1,85 \text{ g/cm}^3$. Bei einer Prüfserie verdichteter Prismen variierten die Dichten zwischen $1,90 \text{ g/cm}^3$ und $1,92 \text{ g/cm}^3$ bei einem Mittelwert von $1,91 \text{ g/cm}^3$.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG						Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1	
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 141 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

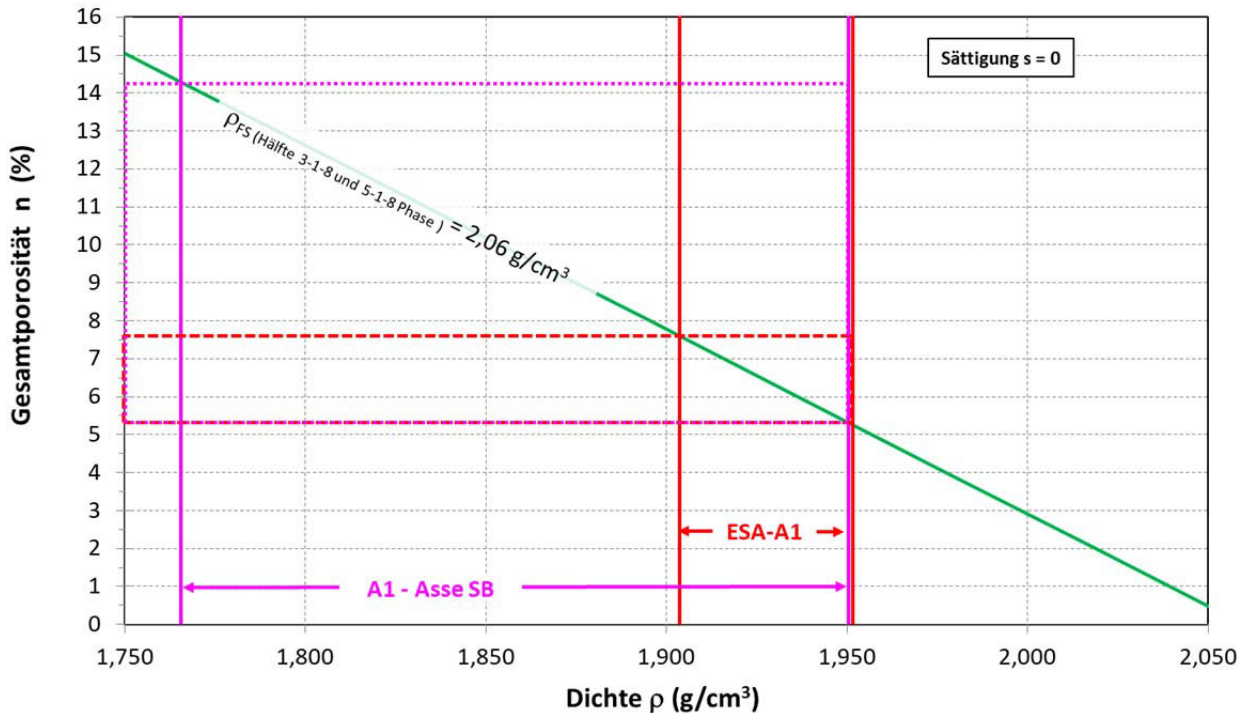



Abb. 73: Nomogramm zur Bestimmung der Gesamtporosität von A1-Baustoffproben auf Basis der spezifischen Probendichte. Dargestellt ist die aus der Dichtevariation der ESA-A1-Proben über die mittlere Feststoffdichte (50% 3-1-8 Phase und 50% 5-1-8 Phase) abgeleitete Spannweite der Gesamtporosität. Zusätzlich ist die Streuweite der Dichte von A1-Proben aus dem Strömungsbarrierenbau der Asse mit der daraus abgeleiteten Bandbreite der Gesamtporosität dargestellt

Insgesamt ist die v_p -Dichte-Streuung der A1-Proben im Vergleich mit anderen MgO-Baustoffrezepturen vergleichsweise gering, wenn die A1-Asse SB-Proben nicht mit berücksichtigt werden (Abb. 74). Es wird offensichtlich, dass eine reproduzierbare Herstellung von Baustoffproben (aus unterschiedlichen Rezepturkomponenten und Anteilen) nur im Rahmen der entsprechenden Streufelder möglich ist, da es sich um heterogen aufgebaute Gefüge (lithologische Streuung) handelt. Darin begründet ist auch ein gewisser (und beobachteter) Schwankungsbereich geomechanischer Kenngrößen für eine Baustoffrezeptur.

Grundlegend unterscheiden sich der A1-Baustoff und der C3-Binder in den petrophysikalischen Eigenschaften wenig. Die Dichte des C3-Binders ist (trotz eines Quarzmehlanteils von 37,4%) etwas niedriger, da der Anteil an Bindemittelphase deutlich höher ist als im A1.

Die MgO-Baustoffrezepturen D4 und B2 (DBM2) weisen aufgrund der hohen Dichte der Zuschläge (Silikat (SiO_2): ca. $2,7 \text{ g/cm}^3$ bzw. Anhydritmehl: ca. $2,95 \text{ g/cm}^3$) bzw. deren lithologischen Streuungen signifikant höhere Baustoffdichten und eine größere Variabilität auf.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG						Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1	
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 142 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

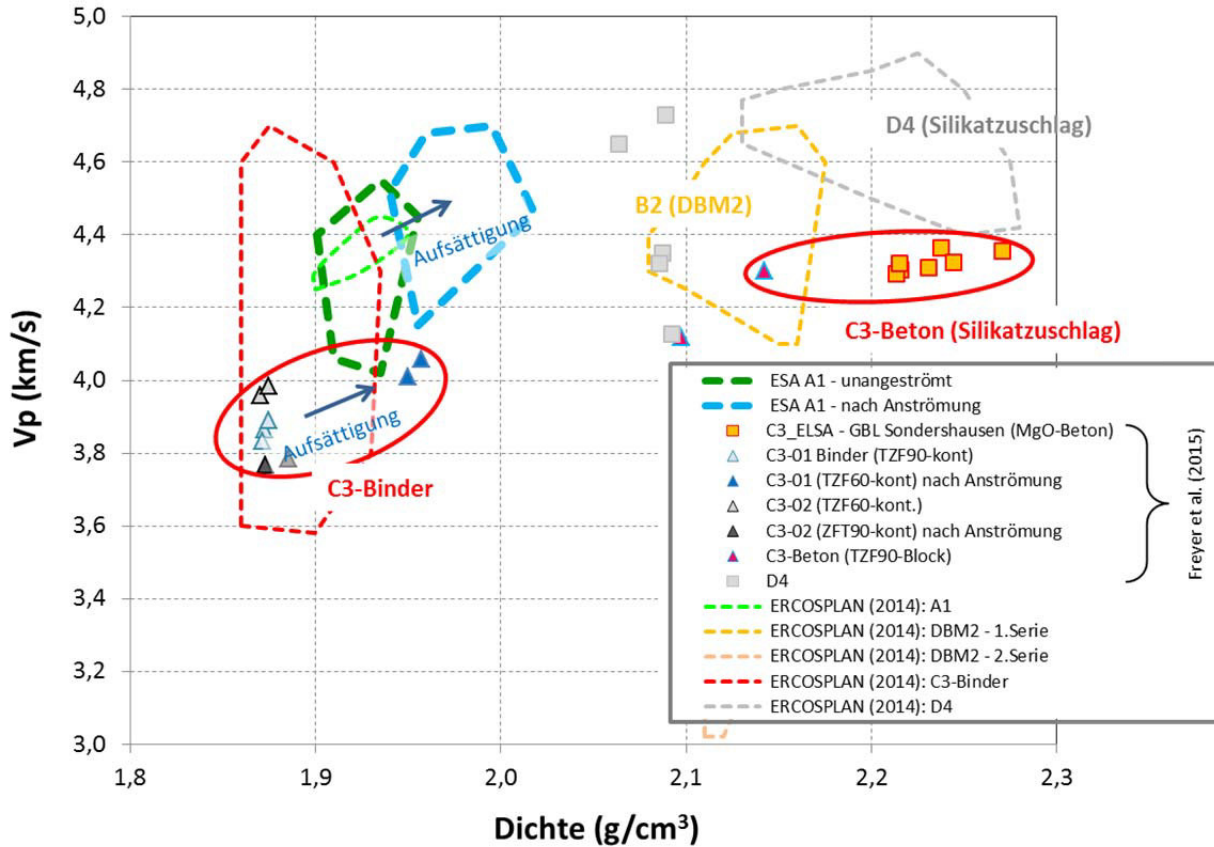


Abb. 74: Abhängigkeit der P-Wellengeschwindigkeiten von der Probedichte für unterschiedliche MgO-Baustoffrezepturen (Laboransätze) - IfG Leipzig-Datenfundus (s. Referenz-Datenbasis)

Isostatisches Kompaktionsverhalten

Zum Vergleich des Belastungs- und zeitabhängigen Setzungsverhaltens der hier untersuchten ESA-A1-Proben liegen ebenso Ergebnisse von Indexversuchen zu den 4 MgO-Baustoffrezepturen (C3 nur als Binder) vor, die mit einer identischen Methodik in (ERCOSPLAN 2015) durchgeführt wurden, vor. Der für die ESA-A1-Proben dieser Untersuchungen erhaltene Datenbereich ist als Referenzfeld zu den verschiedenen Probenkurven der anderen MgO-Baustoffrezepturen in Abb. 75 dargestellt.

Es zeigt sich, dass eine weitgehende Übereinstimmung des Variationsfeldes der ESA-A1-Proben (vor und nach Anströmung) mit dem Streubereich der dort untersuchten D4- und A1-Proben besteht, auch einige B2- und C3-Proben liegen darin. Damit wird neben der guten Reproduzierbarkeit unterschiedlicher A1-Probenansätze ein geringes, d.h. günstiges Kompaktionsverhalten für den A1-Sorelbaustoff dokumentiert. Ein höhere Kompressibilität zeigen ausschließlich reine 3-1-8-Rezepturen (C3, hier als Binder, sowie der B2 (= DBM2)), was vermutlich mit den auch prinzipiell geringeren Festigkeitswerten von 3-1-8-Rezepturen im Vergleich zu 5-1-8-Rezepturen (FREYER ET AL. 2015) im Zusammenhang steht.

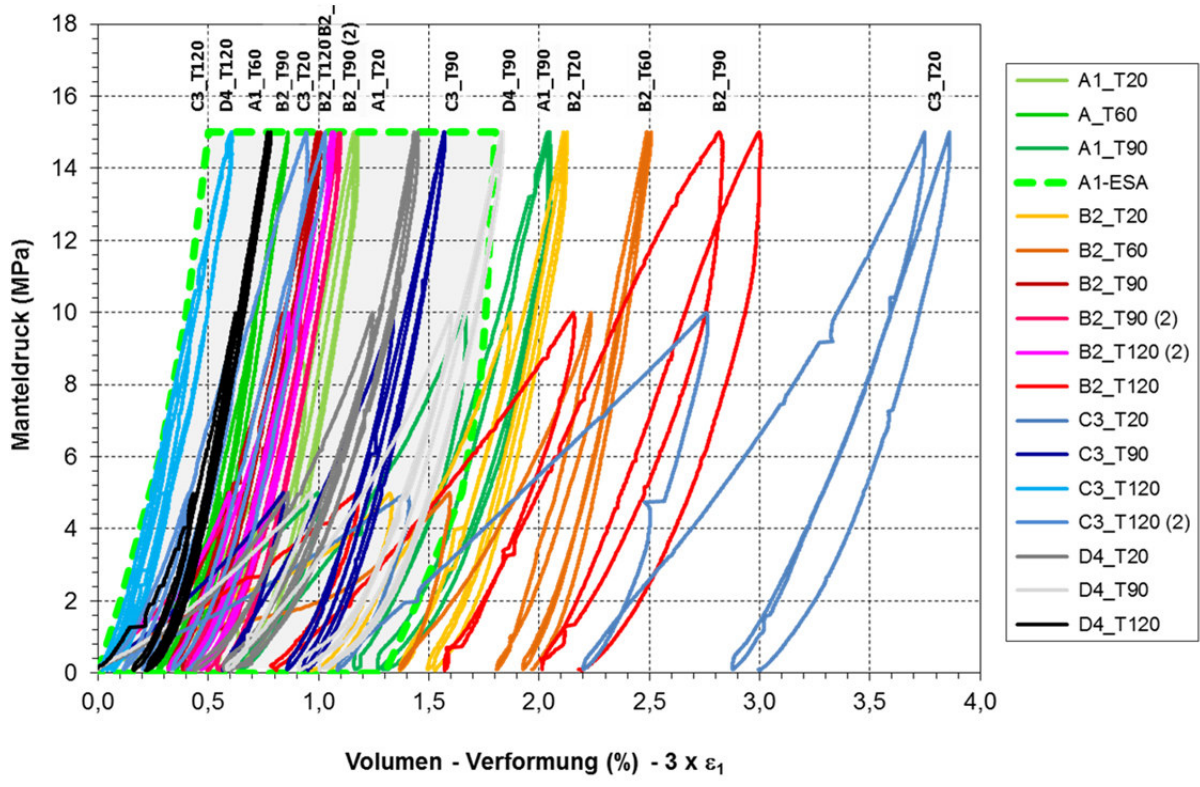



Abb. 75: Isotrope Kompaktion verschiedener MgO-Baustoffrezepturen (ERCOSPLAN 2015) im Vergleich mit den ESA-A1-Proben (grün gestrichelt umrandetes Feld): Spannungs-Verformungskurven (bei „langsamer“ Belastungsrate ($\dot{p} = 0,005 \text{ MPa/s}$))

Triaxiales Festigkeitsverhalten

Festigkeitsuntersuchungen des für den Bau von Strömungsbarrieren eingesetzten A1-Baustoffes bilden ein wesentliches Element der Asse-Qualitätssicherung. Die dabei erhaltenen MOHR-COULOMB-Geraden verschiedener A1-Asse SB-Proben sind in Abb. 76 im Vergleich zum Streubereich der ESA-A1-Proben (vor und nach Anströmung) dargestellt.

Die Festigkeitsdaten der A1-Asse SB-Proben zeigen eine erhebliche Streuung (für $\sigma_{1\text{max}}$ -extrapoliert zwischen 28 MPa und 67 MPa), während die Werte der ESA-A1-Proben im oberen Bereich des Spektrums liegen. Die Festigkeiten spiegeln qualitativ das Dichte-Spektrum aus Abb. 72 wieder, wobei davon auszugehen ist, dass einzelne Chargen der A1-Asse SB-Proben vollständig aus 3-1-8 Bindemittelphase mit eventuell erhöhtem Bindemittelphasenanteil oder auch einem verbliebenen Porenlösungsanteil bestehen und andere, mit höheren Festigkeiten, auch einen signifikanten Anteil an 5-1-8 Bindemittelphase aufweisen (Abschnitt 5.1.1).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 144 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

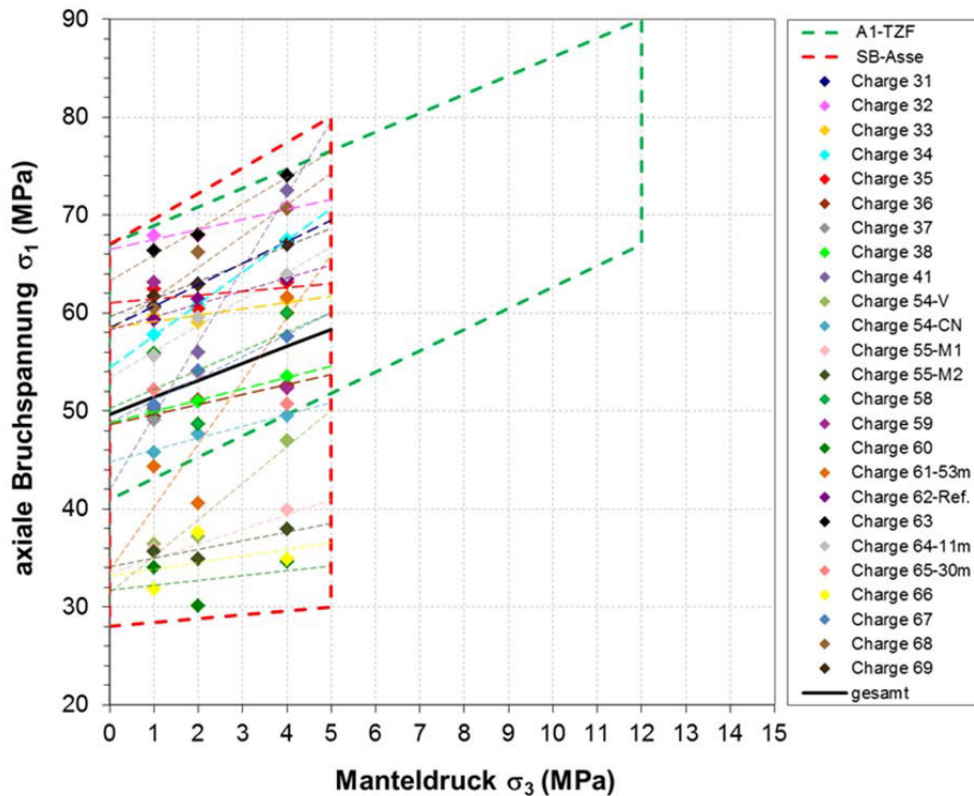


Abb. 76: Triaxiale Festigkeiten - MOHR-COULOMB-Diagramme von A1- Asse SB-Proben aus der Qualitätskontrolle des Baus von Strömungsbarrieren (Asse-GmbH) aus IfG Leipzig-Datenfundus im Vergleich zum ESA-A1-Datenfeld (grün gestrichelt umrandet)

Ein Vergleich mit den Festigkeitsdaten der anderen MgO-Baustoffrezepturen ist in Abb. 77 dargestellt. Daraus ergeben sich folgende Sachverhalte:

- Wie aus dem Inset ersichtlich, werden die höchsten Festigkeiten für die Sorelbaustoffrezeptur D4-Ortbeton gemessen: $\sigma_{1\max\text{-uniaxial}} > 80$ MPa, während diese für die D4-Spritzbetonvariante etwas streuen und jeweils an der Untergrenze des Variationsbereichs Ortbeton liegen. Diese hohen Festigkeiten werden durch die ausschließliche 5-1-8 Bindemittelphase verursacht.
- Das ESA-A1-Variationsfeld liegt in einem mittleren Festigkeitsbereich mit $\sigma_{1\max\text{-uniaxial}} = 42$ MPa bis 67 MPa. Im A1 liegt sowohl ausschließlich die 3-1-8 Phase als Bindemittelphase, als auch ein Gemisch aus 3-1-8 und 5-1-8 Phase vor (Abschnitt 5.1.1). Ein 5-1-8-Phasenanteil wirkt dabei festigkeitserhöhend.
- Der C3, als Binder ohne Zuschlag mit ausschließlich 3-1-8 Phase bzw. C3-Beton mit Silikat-Zuschlag, weist als Baustoff generell Festigkeiten auf, die deutlich niedriger sind (hier ordnet sich auch der B2 ein (nicht mit abgebildet)), als für den A1. Die Festigkeiten zeigen eine gewisse Streuung, wobei die aus den Mehrstufentests abgeleiteten einaxialen Festigkeiten in einem engen Band zwischen $\sigma_{1\max\text{-uniaxial}} = 20$ MPa bis 40 MPa liegen.

- Entgegen den Erwartungen hat sich gezeigt, dass sich die Festigkeiten zwischen C3-Binder (FREYER ET. AL 2015) und C3-Beton (FREYER ET AL. 2015) (IfG Leipzig-Daten aus 2017 im Rahmen von ELSA II) nicht deutlich unterscheiden, was darauf hinweist, dass die Festigkeit des Baustoffes vorrangig vom Bindemittelphasenbestand abhängt.
- Darüber hinaus liefern die Festigkeiten der C3-Rezepturen Anhaltspunkte für die Bewertung des A1 (unterster Festigkeitsbereich), wenn dieser ausschließlich aus 3-1-8 Bindemittelphase besteht. Ein Teil der A1-Asse SB-Proben liegt in diesem Festigkeitsbereich.

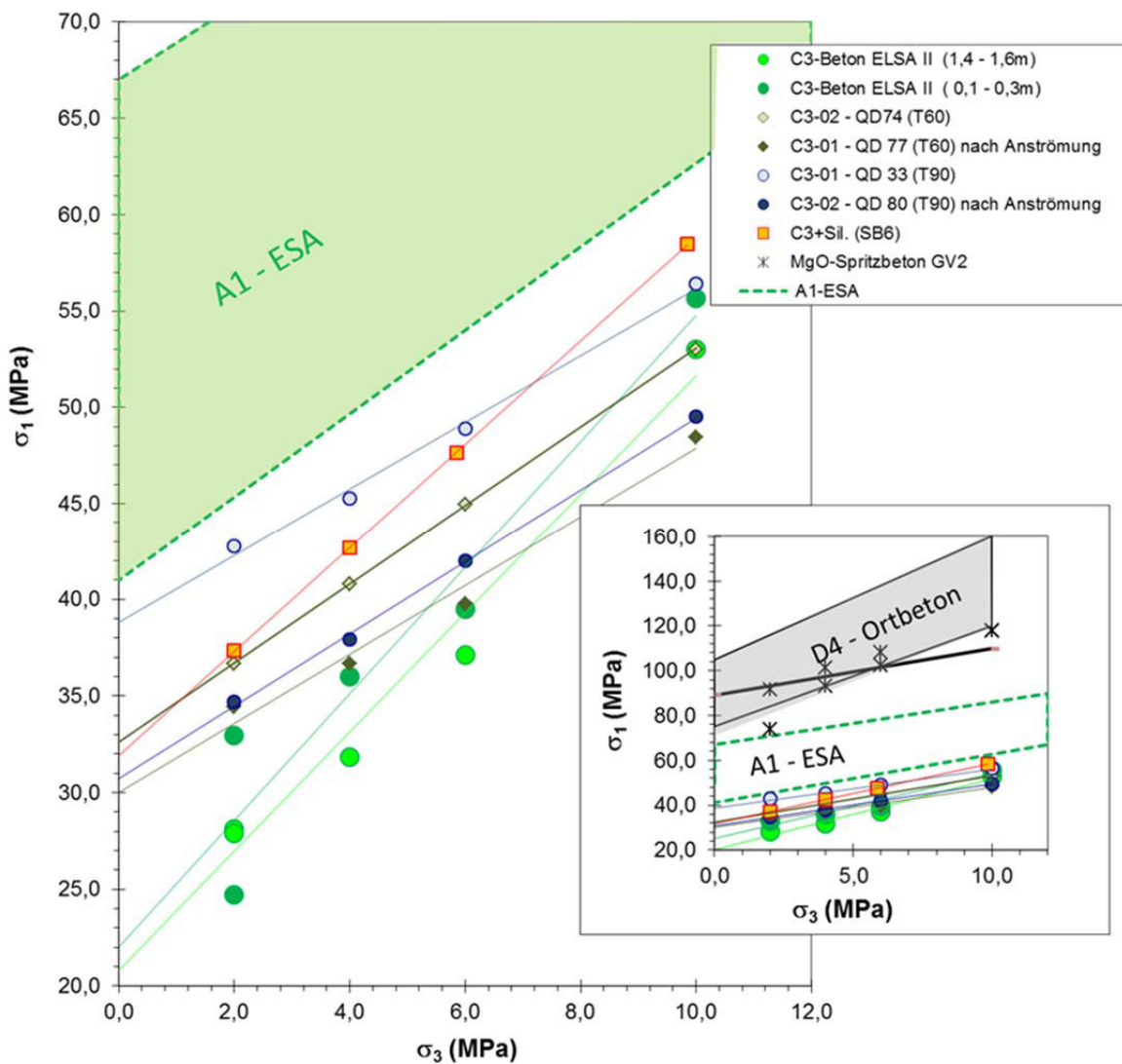



Abb. 77: MOHR-COULOMB-Diagramme von Festigkeitskennwerten verschiedener MgO-Baustoffrezepturen (σ_1 vs. kleinste Hauptspannung σ_{\min} bzw. Manteldruck σ_3). Als Referenz ist das ESA-A1-Variationsfeld dargestellt. Das Inset zeigt einen erweiterten Spannungsbereich mit den Daten von D4-Ortbeton und Spritzbeton

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 146 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		


Relaxationsverhalten

Ausgehend vom unterschiedlichen Festigkeitsverhalten ist zu erwarten, dass sich auch die Relaxationseigenschaften (als Parameter für zeitabhängiges Kompaktionskriechen) der verschiedenen MgO-Baustoffrezepturen unterscheiden. Abb. 78 zeigt, vergleichend das Relaxationsverhalten für die ESA-A1-Proben (Variationsfeld) mit den anderen MgO-Baustoffrezepturen (FREYER ET AL. 2015) (ERCOSPLAN 2015) (IfG Leipzig-Daten aus 2017 im Rahmen von ELSA II). Dabei ergeben sich charakteristische Unterschiede:

- Der D4-Baustoff mit der 5-1-8-Rezeptur relaxiert praktisch vernachlässigbar wenig, d.h. von max. 75 MPa (80%-Bruchfestigkeit) auf ca. >40 MPa bis 50 MPa.
- Die ESA-A1-Proben- liegen in einem Mittelfeld mit <22 MPa bis ca. 5 MPa (bzw. im oberen Bereich des Streufeldes der 3-1-8-Rezepturen (dazu gehören auch B2 und C3).
- Die untersuchten C3-Proben zeigen (analog zum B2) eine erhebliche Streuung, wobei der C3-Beton (IfG Leipzig-Daten aus 2017) die größte Spannungsrelaxation im Vergleich der vorliegenden Daten zeigt, d.h. die Messkurven liegen am unteren Rand des in (ERCOSPLAN 2015) beobachteten Spektrums. Für in-situ relevante Belastungsraten weist eine reine 3-1-8-Rezeptur nur eine geringe Restdeviatorspannung auf bzw. der Wert tendiert gegen „etwas oberhalb von Null“. Somit wird sich der Baustoff als „weicher Einschluss“ im Gebirge verhalten, d.h. der Spannungsaufbau in der Kontaktfuge zwischen Gebirge und Baustoff erfolgt zeitverzögert, weil der Baustoff unter der Belastung „wegkriecht“, was aber insgesamt die Eignung des Baustoffes nicht ausschließt.

Insgesamt wird dokumentiert, dass der ESA-A1 (trotz seiner relativ hohen Kurzzeitfestigkeit, s. Abschnitt 5.1.4) unter der Belastung langsam wegkriecht, d.h. relaxiert, allerdings nicht bis auf Null. Dies ist für vereinzelte A1-Asse SB-Baustoffchargen¹⁹, die im untersten Festigkeitsbereich der B2- und C3-Baustoffproben liegen (s. Abb. 76 und Abb. 77), bei entsprechenden Belastungen nicht auszuschließen. Dabei muss aber berücksichtigt werden, dass in den Laborversuchen mit einer Vorbelastung bis ca. 80% der Bruchfestigkeit ein Belastungsregime aufgeprägt wurde, das in-situ, u.a. wegen der dort wirkenden Einspannung nicht erreicht wird. Gleichzeitig bedeutet das beobachtete Relaxationsverhalten im Realfall, dass der A1 nicht als steifes Widerlager wirkt, sondern unter Last kompaktiert (unter Reduzierung des Porenraumes, womit eine Permeabilitätsabnahme verbunden sein kann) bzw. begrenzt kriechfähig ist (deviatorisches Kriechen, womit lokale Spannungskonzentrationen, die zu einer Rissbildung führen könnten, abgebaut werden können). Da die daraus resultierenden Verformungen aber nur sehr gering sind, behält der auf der Schachtanlage Asse II verwendete A1-Baustoff seine Funktion als Dichtelement oder Widerlager.

¹⁹ Vermutlich handelt es sich bei diesen Chargen um ausschließlich 3-1-8 Bindemittelphase enthaltende Probekörper, die möglicherweise im Rahmen der A1-Rezepturschwankungsbreite auch noch einen verbliebenen Lösungsanteil im Porenraum aufweisen. Diese Situation verursacht insbesondere „Weichheit“ und „Kriechfähigkeit“ des Baustoffs.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG						Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1	
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 147 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Bei MgO-Baustoffrezepturen dominiert die Art der Bindemittelphase das mechanische Verhalten. Eine prinzipiell nur sekundär kristallisierende 3-1-8 Bindemittelphase (bei Primärkristallisation der metastabilen Phasen erzeugte Spannungen werden bei Sekundärkristallisation der 3-1-8 Phase anteilig abgebaut), kriecht in den Porenraum. Im Gegensatz zu einem extrem steifen Material (D4-Beton) bedeutet das, dass der A1 nicht die Last auf sich zieht, was zu starken Spannungskonzentrationen und Rissbildung führen würde. In-situ-Beobachtungen²⁰ auf der Schachtanlage Asse zeigen, dass der A1-Baustoff, z.B. in hoch beanspruchten Bereichen in der Nähe von Füllrörtern, nur wenig makroskopisch sichtbare Risse aufweist.

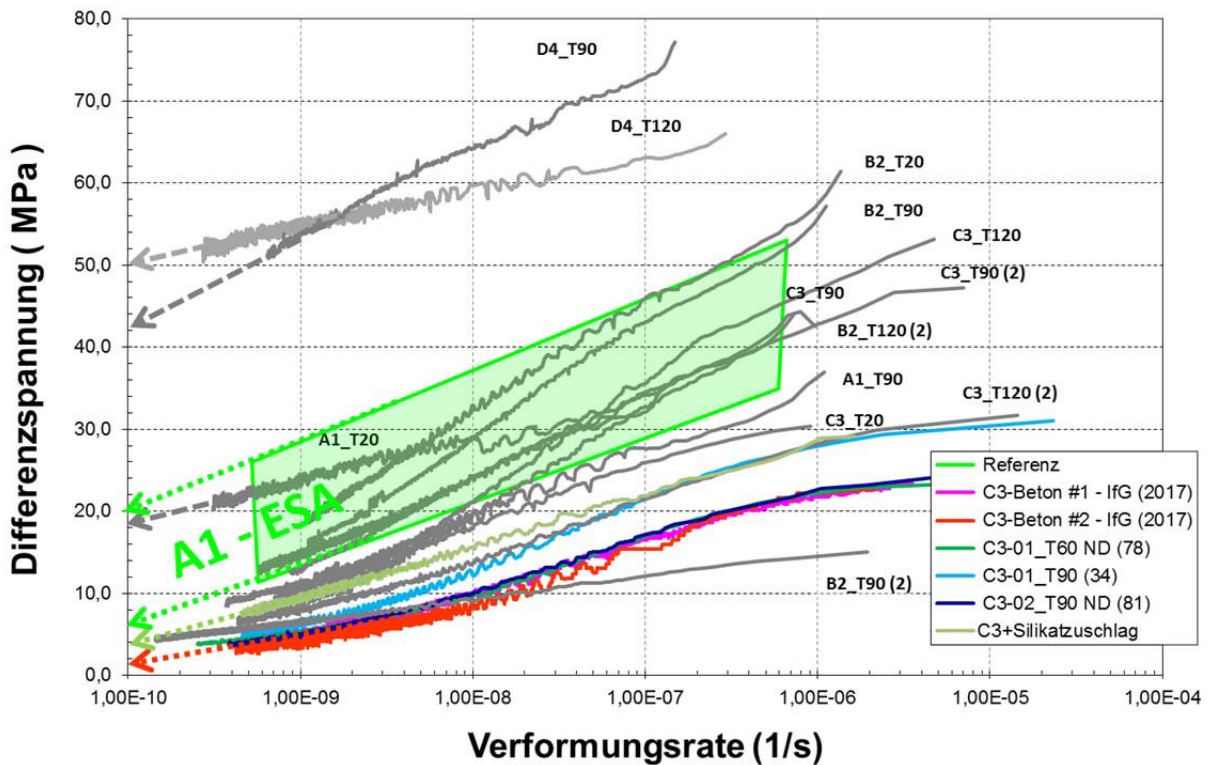



Abb. 78: Relaxationsverhaltens der verschiedenen MgO-Baustoffrezepturen im Vergleich: ESA-A1-Proben (grünes Variationsfeld); B2, C3 und D4 aus (ERCOSPLAN 2015); graue Kurven sowie entsprechend der Legende aus ((FREYER ET AL. 2015) sowie (IfG Leipzig-Daten aus 2017 im Rahmen von ELSA II) Differenzspannung vs. log Verformungsrate)

²⁰ mdl. Mittlg. durch P. Kamlot (IfG Leipzig)

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 148 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

6 SYNTHESE

6.1 ZUSAMMENFASSUNG

In (DBE TEC 2008) wurde ein Verschlusskonzept für die Tagesschächte Asse 2 und Asse 4 der Schachanlage Asse II beschrieben. Hierin ist für beide Tagesschächte vom Schachtiefsten bis in Höhe der Dichtelemente sowie für das Hauptdichtelement der Einsatz von Sorelbaustoff der Rezeptur A1 vorgesehen. Auf diesem Konzept basiert heute ein Teil der notwendigen Maßnahmen zur Notfallplanung (ASSE-GMBH 2010).


Im Rahmen der gegenständlichen Untersuchungen des ESA-Vorhabens wurde gezeigt, wie der Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den A1-Sorelbaustoff geführt werden kann, der vom Vorliegen möglicher Bindemittelphasen nach vollständig abgeschlossener Abbindereaktion abhängt.

Aufgrund der Schwankungsbreite der A1-Rezeptur bei der technologischen Verarbeitung können sich entsprechend des dann jeweils vorliegenden stöchiometrischen Verhältnisses zwischen Bindemittel (MgO) und Anmischlösung, als Bindemittelphasen die 3-1-8 Phase sowie anteilig auch die 5-1-8 Phase ausbilden. Mit dem alleinigen Vorliegen der 3-1-8 Bindemittelphase wäre die geochemische Langzeitbeständigkeit des Baustoffes anhand des thermodynamischen Lösegleichgewichtes belegt (Die 3-1-8 Phase steht im thermodynamischen Gleichgewicht mit der Gegenflutungslösung sowie generell mit MgCl₂-haltigen Lösungen). Die 5-1-8 Phase ist dagegen nicht langzeitbeständig, d.h. es liegt kein thermodynamisch stabiles (sondern ein metastabiles) Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösung vor. Bei entsprechendem Lösungskontakt bildet sich aus der 5-1-8 Phase die 3-1-8 Phase.

Aufgrund dieses Sachverhaltes war der Nachweis zu erbringen, dass unter definierten Randbedingungen bei einem Lösungszutritt (MgCl₂-haltige Lösung) zum abgebundenen A1-Baustoff nur eine begrenzte Umwandlung der 5-1-8 Phase stattfindet bzw. wenn diese stattfindet, dass die an den Baustoff gestellten Anforderungen (hydraulisch-mechanische Eigenschaften) nicht unterschritten werden (= Nachweis der Integrität des Baustoffes).

Ausgehend vom aktuellen Kenntnisstand zu den Sorelphasen wurde ein Nachweiskonzept erarbeitet, das sowohl geochemische als auch geomechanische Aspekte berücksichtigt:

- Wird nachgewiesen, dass ausschließlich die 3-1-8 Phase im Baustoffgefüge vorliegt (stabile Phase in Gegenwart von MgCl₂-haltigen Lösungen im Temperaturbereich bis 80°C), ist die geochemische Langzeitbeständigkeit des Baustoffes anhand des thermodynamischen Lösungs-Feststoff-Gleichgewichtes belegt.
- Sollte eine andere Bindemittelphase, z.B. die 5-1-8 Phase nachgewiesen werden, ist ein auf physikalisch-mechanischen Untersuchungen basierender Integritätsnachweis zu führen, als alternative Variante zum Nachweis der Langzeitbeständigkeit auf Basis des thermodynamischen Lösegleichgewichtes. Grundlage dafür bilden das mechanische Verhalten (z.B. Festigkeiten, Kriechen) und das hydraulische Verhalten (z.B. Permeabilität). Die Integrität ist nachgewiesen, wenn ein Vergleich des physikalisch-mechanischen Eigenschaftsspektrums aus „vor“ und „nach“ Lösungszutritt keine oder nur Veränderungen

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 149 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

zeigt, die die möglichen gestellten bzw. zu stellenden Anforderungen an den Baustoff einhalten.


Das Untersuchungsprogramm umfasst die Charakterisierung und Quantifizierung der Eigenschaften vor und nach Lösungszutritt (bzw. Anströmung):

- Bestimmung des Bindemittelphasenbestands (qualitative und quantitative Analyse mittels Röntgendiffraktometrie) sowie des Gefügestandes im A1 während und nach dem Abbinden (mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Röntgencomputertomographie (CT)) sowie nach sekundärem Lösungszutritt;
- Bestimmung geomechanischer Parameter mit Quantifizierung des Festigkeits- und zeit- und spannungsabhängigen Kompaktionsverhaltens sowie des Baustoff-Kriechens bzw. der Baustoff-Relaxation;
- Bestimmung hydraulischer Parameter, u.a. zur Charakterisierung der initialen Dichtheit des Baustoffes beim bzw. nach Abbinden (z.B. als Gaspermeabilität) sowie bei Lösungszutritt mit zeitlicher Aufsättigung des Baustoffes (als Lösungsporeabilität) mit Aussagen zum Porenraum und dessen Sättigungszustand.

Bei Aufstellung des Untersuchungsprogrammes wurde dem Fakt Rechnung getragen, dass bei der Errichtung großvolumiger Bauwerke in Ortbetonbauweise aus Magnesiabaustoff Temperaturentwicklungen bis in die Größenordnung von 100°C auftreten. Da die Bindemittelphasenbildung und folglich die resultierenden Baustoffeigenschaften von der Abbinde temperatur beeinflusst werden kann, wurde zur Untersuchung der Baustoffeigenschaften ein systematisches Untersuchungsregime im Rahmen von Abbinde temperatur-Zeitfenstern (Untersuchungsfeld 1) entwickelt.

In Anlehnung an In-situ-Daten wurden zur Nachstellung des Abbindens unter entsprechender Temperaturentwicklung drei Temperatur-Zeit-Fenster (TZF) mit Temperaturspitzen von jeweils 60°C (TZF 60), 90°C (TZF 90) und 120°C (TZF 120) mit einem anschließenden asymptotischen Temperaturabfall über einen längeren Zeitraum auf Umgebungstemperatur (für das Laborprogramm auf 30°C festgelegt) erstellt, die in Temperierschränken im Labor realisiert wurden. Mit geeigneten Probenzellen wurde gewährleistet, dass neben einem ausreichenden Probenspektrum (u.a. kleine IfAC-Zellen mit 3 verschiedene MgO-Reaktivitäten (für die geochemischen und Gefüge-Untersuchungen) auch ausreichende Probenmengen für die geomechanischen Untersuchungen (große IfG-Zellen – nur MgO-Reaktivität 2) zur Verfügung standen. Zusätzlich wurden für jedes TZF zwei Zellen mit DMS ausgestattet, mit denen bis zur Entnahme dieser Zellen aus den TZF (nach 1095d) die Druckentwicklung des Baustoffes temperatur- und zeitabhängig gemessen wurde. Die Druckentwicklung (unter Einspannung des Baustoffes) korreliert letztendlich mit der Phasenbestandsentwicklung.

Mit einem detaillierten Beprobungsplan, der zu definierten Zeitpunkten eine Bestimmung von Phasenbestand und mechanischen Parametern vorsah, wurde ein für die drei TZF repräsentativer Abbindezeitraum von 2 Tagen bis zu 3 Jahren abgedeckt. Ausgehend von einer umfassenden Charakterisierung der A1-Rezepturkomponenten (MgO, Anmischflüssigkeit und NaCl-Zuschlagstoff), erfolgte die Umsetzung von drei MgO-Reaktivitäten im Rahmen der Schwankungsbereite der Rezeptur (MgO-Steinsalzzuschlag-Mischungen wurden als Vorprodukt von der Asse-GmbH für


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 150 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

die Anmischung der Proben entsprechend den Bedarfsmengen für alle Probenansätze zum Abbinden in den drei TZF an drei Terminen erhalten).

Zur Vergleichbarkeit der Herstellungsbedingungen wurden entsprechend des Asse-QM-Systems auch die Frischbetonparameter (u.a. Fließrinnenmaß, Luftporengehalt, quasi-adiabatische Temperaturentwicklung) bestimmt. Die Ergebnisse weisen nach, dass mit den Laborproben zu den In-situ-Bedingungen repräsentative Baustoffzustände (z.B. Luftporengehalt von 2,7%; Suspensionsdichte von 1,88 g/cm³) realisiert wurden.

Entsprechend des Beprobungsplanes wurden zu den definierten Zeitpunkten A1-Probekörper mit unterschiedlichen Abbindezuständen den drei TZF entnommen. Das temperaturbedingte Abbindeverhalten des A1-Baustoffes im Untersuchungsfeld 1 lässt sich wie folgt zusammenfassen:

- Die Bildung der Bindemittelphasen (x-y-z Phasen) aus Magnesiumoxid und der Anmischlösung (MgCl₂-Lösung) setzt als exotherme Reaktion nach Vermischung der Rezepturkomponenten ein. Die Messergebnisse für das TZF 60 zeigen, dass prinzipiell und unabhängig von der eingesetzten MgO-Reaktivität primär die 5-1-8 Phase entsteht. Im TZF 90 bildet sich mit Erreichen der Temperaturspitze zu geringem Anteil die Hochtemperaturphase 9-1-4 unmittelbar nach Bildung der 5-1-8 Phase aus. Unter Verwendung der MgO-Reaktivität 1 wird die Bildung der 9-1-4 Phase im TZF 90 nicht beobachtet. Ursache ist die hohe MgO-Reaktivität, wodurch die kinetisch kontrollierte Phasenbildung besonders schnell stattfindet und so nur zur Bildung der 5-1-8 Phase führt. Mit 90°C liegt zudem die Grenztemperatur für die Bildung der 9-1-4 Phase vor. Im TZF 120 liegt für längere Zeit ein Temperaturbereich über 90°C vor, weshalb die 9-1-4 Phase in deutlich höheren Anteilen neben der 5-1-8 Phase bei allen drei eingesetzten MgO-Reaktivitäten kristallisiert. Mit der Bildung dieser Phasen verbleibt Porenlösung im Primärgefüge, wodurch mit Abkühlung und der Zeit die Kristallisation der 3-1-8 Phase ausgelöst wird. Sobald die Porenlösung vollständig verbraucht ist, hat sich der Maximalgehalt an 3-1-8 Phase gebildet.
- Entsprechend der ausgewiesenen Rezeptur für den Sorelbaustoff A1 sollte sich nach vollständig abgeschlossener Abbindereaktion ausschließlich die 3-1-8 Phase bilden. Jedoch wird die Bindemittelphasenbildung maßgeblich durch die technologische Rezepturverarbeitung mit einer Schwankungsbreite von 3 Ma.% beeinflusst. Eine Abweichung zu höherem MgO-Anteil (<11 Ma.%) gegenüber der Anmischlösung führt zu einem verbleibenden Anteil an 5-1-8 Phase neben der 3-1-8 Phase. Bei einer Unterschreitung der 11 Ma.% MgO bleibt Anmischlösung in Form von Porenlösung im Baustoffgefüge zurück. Das Ausmaß der Temperaturentwicklung zeigt darauf keinen Einfluss, ebenso wenig das mit unterschiedlichen Reaktivitäten eingesetzte MgO. Beide Größen (Abbindeprofil und MgO-Reaktivität) beeinflussen lediglich im zeitlichen Verlauf, welche Phasen und Anteile bis zum vollständig abgebindenen Baustoffzustand auftreten.
- Die Druckentwicklungen zeigen eine Korrelation zum Temperaturverlauf und zur Phasenbestandsentwicklung. So ist der jeweils anfängliche Druckanstieg und -abfall auf die thermische Expansion bzw. Kontraktion des abbindenden Baustoffes im Zuge der Temperaturerhöhung und nachfolgenden Abkühlung in den ersten Tagen zurückzuführen.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 151 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018


Mit dem Abkühlen des Baustoffes hält der Druckabfall solange an, bis die Sekundärkristallisation der 3-1-8 Phase einsetzt. Die Kristallisation der 3-1-8 Phase führt zu einer messbaren Kristallisationsdruckentwicklung, die solange anhält bis die Umwandlung der Primärphasen (5-1-8 oder 5-1-8 und 9-1-4 Phase) in die 3-1-8 Phase abgeschlossen ist. Allerdings bleiben die vom Baustoff aufgebauten Kristallisationsdrücke langfristig nicht erhalten. Es kommt zusammen mit der nur noch geringfügig stattfindenden Abkühlung bis zum Erreichen von 30°C zu einem allmählichen Druckabfall, der durch ein „Zurückkriechen“ des porenraumthaltenden Baustoffgefüges verursacht wird.

- Die mit dem Einsetzen der Abbindereaktion beginnende Bildung eines Gefüges aus Bindemittelphasen mit darin eingebetteten Zuschlagkörnern (Steinsalzgrus) wurde anhand der Porenraumentwicklung über REM- und CT-Aufnahmen sowie die Analyse der Porosität mittels Quecksilberdruckporosimetrie und den stofflichen Dichteveränderungen der Gefügekomponenten quantitativ nachvollzogen. Es entsteht ein Bindemittelgefüge, das aus nadelförmig verwachsenen Kristalliten mit dazwischen befindlichen Hohlräumen sowie Luftporen besteht. Der mit dem Abbinden entstehende Porenraum beträgt 5%, zu welchem noch mit der Verarbeitung eingetragene Luftporen hinzukommen. Die Messwerte zur Gesamtporosität (offener Porenraum) liegen für alle drei TZF und MgO-Reaktivitäten im Bereich von 7% ± 3%. Nach 200 Tagen des Abbindens (ein Zeitpunkt, bei welchem im Baustoff in allen drei TZF im Wesentlichen die Bindemittelphasenbildung abgeschlossen ist) reduziert sich dieser Wert auf 6% ± 2%.
- Die Vermessung der nach Beendigung der verschiedenen TZF hergestellten Prüfkörper ergaben Probedichten zwischen 1,90 g/cm³ und 1,95 g/cm³, was unter Annahme einer mittleren Feststoffdichte für den Baustoff von 2,06 g/cm³ zu Porositätswerten zwischen 5,3% und max. 7% führt und somit die bereits vorliegenden Kenndaten im Rahmen der Messgenauigkeit bestätigt. Die für diese Prüfkörper ermittelten Gaspermeabilitäten sind (mit einer Ausnahme) 10^{-19} m². Damit zeigt sich die hohe Dichtheit des A1-Baustoffes.

Die Ergebnisse der Relaxations- und isostatischen Kompaktionstests zeigten keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von der Abbinde-temperatur. Alle Kennwerte liegen diesbezüglich in einem Streubereich (für $\sigma_{1\max\text{-uniaxial}}$ (extrapoliert) zwischen 42 MPa und 67 MPa). Tendenziell wurden jedoch für 5-1-8 Phase enthaltende Prüfkörper (TZF 90-Proben) höhere Festigkeiten, im oberen Streubereich liegend, im Vergleich zu ausschließlich 3-1-8 Phase enthaltenden Prüfkörpern festgestellt (TZF 120-Proben). Mit einem Anteil der 5-1-8 Phase nur im 1%-Bereich (TZF 60-Proben) liegen die Festigkeiten im Mittelfeld des Streubereiches. Mit unterschiedlichem Abbindezustand (Frühstadium sowie Endstadium) wurden jeweils zwei mit A1-Probekörpern aus den drei TZF mit MgCl₂-Lösung (Anmischlösung) unter Druckregime (IfG-Zellen) angeströmt (Untersuchungsfeld 2).

Das Prüfregime umfasste drei Phasen:

- (1) Anströmung und Permeabilitätsbestimmung,
- (2) Entlastung des Fluiddruckes und Messung des verbleibenden Druckes,
- (3) Optionale Phase mit Wiederholung der Fluidinjektion.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 152 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018


Die Ergebnisse zeigten für alle Proben, dass die injizierbare Fluidmenge mit der Zeit sehr schnell abnimmt, was ausgehend vom Startwert einer Permeabilität von anfänglich 10^{-16} m^2 zu einer entsprechenden Durchlässigkeitsabnahme führt. Im Ergebnis der Fluiddruckbeaufschlagung zeigt sich, dass die als Referenzwert bestimmte Anströmpermeabilität sehr schnell auf niedriger als 10^{-20} m^2 zurückgeht, wobei nur bei einer Probe (ausschließlich 3-1-8 Bindemittelphase enthaltend) eine vollständige Aufsättigung mit anhaltendem Lösungsdurchtritt beobachtet wurde. Im Detail zeigt sich, dass sich die 5-1-8 Phase haltigen Proben in ihrer zeitlichen Entwicklung tendenziell von den ausschließlich 3-1-8 Phase enthaltenden unterscheiden. Proben mit 5-1-8 Phase (TZF 90-Proben) liegen sehr früh mehrheitlich im unteren Bereich hin zu den niedrigsten Permeabilitätswerten, während die Proben mit ausschließlich 3-1-8 Phase eher im oberen Bereich liegen. Nach einer Anströmzeit von >100 Tagen nähern sich die Permeabilitätswerte an und liegen niedriger als 10^{-19} m^2 , nach 450 Tagen niedriger als 10^{-20} m^2 , womit die hohe Dichtheit des A1-Baustoffes gegenüber MgCl_2 -haltiger Lösung im Langzeitversuch belegt wird.

Nach der Fluiddruckentlastung (drainierte Bedingungen) stabilisieren sich nach spätestens 200 Tagen die verbleibenden Zellendrücke und liegen im Mittel zwischen minimal ca. 1,5 bar (TZF 60-1095d) und maximal ca. 37,5 bar (TZF 120-182d). Insgesamt zeigt sich damit im Rahmen des Untersuchungszeitraumes, dass im stationären Zustand (kein Auspressen von Lösung mehr) für alle Proben ein Druck mindestens konstant und größer 1 bar verblieben ist.

Letztlich sind mit einer Lösungskontaktzeit (unter Druckregime) von wenigstens 20 Monaten oder mehr, unabhängig vom TZF und Probenalter, zwischen 3 mL und ca. 50 mL Lösung in die Probekörper eingedrungen. Für die meisten Proben wurde mit 17 mL bis 36 mL Lösungsaufnahme eine Sättigung des Porenraums zwischen 45% und 70% erreicht. Die Anströmung und zumindest teilweise Aufsättigung des Porenraums führt zu einer Dichte (und Geschwindigkeitszunahme), von $1,90 \text{ g/cm}^3$ bis $1,95 \text{ g/cm}^3$ auf $1,94 \text{ g/cm}^3$ bis $2,01 \text{ g/cm}^3$, was einer Porenraumsättigung zwischen 20% und 95% entspricht.

Die Phasenanalyse an angeströmtem Probenmaterial weist nach, dass entsprechend des Phasenbestandes der A1-Probekörper (MgO -Reaktivität R2) vor Lösungszutritt, es durch Lösungskontakt (MgCl_2 -haltige Lösung) zur Umwandlung der Primärphase(n) in die 3-1-8 Phase kommt bzw. die 3-1-8 Phase unverändert erhalten bleibt, wenn diese bereits vor Anströmung als alleinige Bindemittelphase vorliegt. Letzteres trifft auf alle Proben aus dem TZF 120 ab einem Alter von über 100 Tagen und aus dem TZF 60 (MgO -Reaktivität R2) nach ca. 180 Tagen zu, wobei hier ein geringer Anteil (1 Ma.% bis 5 Ma.%) der 5-1-8 Phase dauerhaft erhalten geblieben ist. Im TZF 90 lag rezepturschwankungsbedingt nach ca. 100 Tagen ein unveränderlicher Phasenbestand von etwa gleichen Anteilen an 3-1-8 und 5-1-8 Phase vor.

Ausgehend von der Bindemittelphasenzusammensetzung (hälftige Anteile von 3-1-8 und 5-1-8 Bindemittelphase) und unter Berücksichtigung des aufgenommenen Lösungsanteils wurde exemplarisch das Umwandlungsvermögens der enthaltenen 5-1-8 Phase abgeschätzt. Dabei zeigt sich, dass unter vollständigem Verbrauch einer Lösungsmenge von ca. 26 mL (Messwert) nur die knappe Hälfte der enthaltenen 5-1-8 Phase in die 3-1-8 Phase umgewandelt wird. Der ursprüngliche Porenraum ($6\% \pm 2\%$) wird dabei durch den Festphasenzuwachs um ca. 50% reduziert, was sich in den gemessenen Porositätswerten für die Beispielprobe (nach 728 Tagen

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 153 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Lösungskontakt und einem Gesamalter von 1656 Tagen), zwischen 2% und 3% liegend, widerspiegelt.

Im Gegensatz zu A1-Proben mit ausschließlich 3-1-8 Phase (TZF 120) führt ein Lösungszutritt im Fall der 5-1-8 Phase-haltigen (TZF 90)-Proben zum Verbrauch der Lösung aufgrund der Umwandlung der 5-1-8 Phase in die 3-1-8 Phase. Die Lösungszutrittsmenge ist über das lösungszugängliche Porenvolumen gegenüber der vorhandenen 5-1-8 Phase begrenzt. Im Detail hängt die insgesamt zutretende Lösungsmenge wegen der stattfindenden Selbstabdichtung vom insgesamt vorhandenen Anteil der 5-1-8 Phase ab.

Die hier abgeschätzten Porenraumänderungen ließen sich quantitativ mittels Quecksilberdruckporosimetrie bestätigen, wobei für Proben, in welche kaum Lösung eingedrungen war, ein Wert im Bereich von $6\% \pm 2\%$ entsprechend der abgebundenen Proben ohne Lösungskontakt wiedergefunden wurde. Bei nahezu vollständiger Porenraumsättigung (Proben mit nur 3-1-8 Bindemittelphase) war aufgrund der Bischofit-Auskristallisation ein Porenvolumen von $2,5\% \pm 2\%$ messbar.

Im Ergebnis der Untersuchungen an den Probe- und Prüfkörpern, die mit einer Fluoreszin-haltigen Lösung angeströmt wurden, war keine Visualisierung der Fließwege möglich. Vermutlich wird das Fluoreszin von den Bindemittelphasen adsorbiert. Eine Bestimmung des Porenlösungsanteils durch Trocknung von Proben (Sachverhalt wurde aufgezeigt) ist im Fall des Magnesiabaustoffes nicht möglich.


Die geomechanische Probencharakterisierung nach Lösungsdruckbeaufschlagung im Untersuchungsfeld 2 zeigt, dass sich die Ergebnisse der Relaxations- und isostatischen Kompaktions-tests sich nicht signifikant von denen aus Untersuchungsfeld 1 unterscheiden. In den Festigkeitsuntersuchungen zeigten sich auch nach Lösungszutritt die prinzipiellen Unterschiede, je nachdem ob nur die 3-1-8 Phase oder auch 5-1-8 Phase im Bindemittelphasenbestand enthalten war.

Insgesamt werden für den A1-Baustoff – unabhängig davon ob trocken, teilweise oder vollständig gesättigt – in einem relativ geringen Rahmen reproduzierbare geomechanische Parameter bestimmt, was sich durch den Eigenschaftsvergleich mit anderen Sorelbaustoffrezepturen bzw. mit den Kennwerten von A1-Proben aus dem Strömungsbarrierenbau der Asse zeigt.

6.2 BEWERTUNG

Für den A1-Sorelbaustoff war zu prüfen, ob und wie der Nachweis zu erbringen ist, dass es sich um einen langzeitbeständigen Baustoff handelt. Bzgl. der Langzeitbeständigkeit bzw. zum Nachweis der für den Einsatz in Verschlussbauwerken notwendigen Eigenschaften können folgende Aussagen getroffen werden:

- (1) Mittels der (in speziell zur Simulation des Einspannungszustandes in einem Verschlussbauwerk entwickelten Druckzellen) durchgeführten Untersuchungen im Untersuchungsfeld 1 (vor Lösungszutritt) konnten die Phasen- und Gefügeentwicklung während des über mehrere Jahre andauernden Abbindeverhaltens von A1-Sorelbeton schlüssig aufgeklärt werden. Die nach Abklingen der Temperaturentwicklung gemessenen


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 154 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Expansionsdrücke lassen sich im Wesentlichen auf die Bildung der 3-1-8 Phase zurückführen. Allerdings bleiben diese wegen der Wirkung von Kriech- und Relaxationsprozessen nicht dauerhaft erhalten, wobei der Baustoff aber insgesamt volumenstabil ist und nicht „schwindet“.

- (2) Die hydraulisch-mechanischen Kennwerte weisen das Vorliegen der für den Bau eines Verschlussbauwerkes notwendigen Eigenschaften (z.B. in Bezug auf Festigkeit und Dichtheit) aus, wobei insbesondere die gemessenen Gaspermeabilitäten (generell $<5 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$) deutlich niedriger sind, als der Anforderungswert von $\leq 10^{-18} \text{ m}^2$ für den Dichtbaustoff aus der Konzeptplanung (DBE TEC 2006). Gleichzeitig sind z.B. die einaxialen Festigkeiten mehr als doppelt so hoch, wie die vom umgebenden Steinsalz. Deshalb ist davon auszugehen, dass sie mehr als ausreichend zum Führen des geotechnischen Integritätsnachweises für den Baustoff A1 als Teilkomponente für den Schachtverschluss sind. Die vorliegenden Kennwerte liefern dafür eine ausreichende Datenbasis.
- (3) Wegen der großtechnisch bedingten Variabilität in der Umsetzung der Baustoffrezeptur kommt es beim Abbinden des Baustoffes neben der 3-1-8 Bindemittelphase auch zur Bildung der 5-1-8 Phase, die bei Lösungszutritt thermodynamisch metastabil ist und sich in die 3-1-8 Phase umwandelt. Dieser Prozess konnte experimentell über die einseitige Lösungsdruckbeaufschlagung des in den Druckzellen eingespannten Baustoffes nachgewiesen werden. Mit der Lösungsinjektion kommt es bei 5-1-8 Phase haltigem A1-Baustoff im zeitlichen Verlauf zu einer Selbstabdichtung durch Festphasenzuwachs in Form von 3-1-8 Phase mit Verringerung der Porosität von ca. 7% auf 1-3%. Bezogen auf den Baustoff nehmen als Folge die Lösungspereabilitäten²¹ generell auf $<10^{-20} \text{ m}^2$ ab. Gleichzeitig reduziert sich damit, bezogen auf den Schachtverschluss, die Dichtheit gegenüber dem nicht mit Lösung in Kontakt stehendem Baustoff nochmals deutlich, wenn ein entsprechender 5-1-8 Bindemittelphasenanteil enthalten ist. Die Lösungspereabilität des Baustoffes liegt damit mehr als zwei Größenordnungen niedriger als die Anforderungen aus der Konzeptplanung (DBE TEC 2006).
- (4) Die durchgeführten hydraulisch-mechanischen Untersuchungen belegen, dass sich trotz der durch den Lösungszutritt stattgefundenen anteiligen Umwandlung der 5-1-8 Phase die Baustoffeigenschaften unverändert im Steubereich der Werte des nicht mit Lösung in Kontakt gekommenen Baustoffes liegen. Wegen der Aufsättigung bzw. Verringerung der Porosität war kein Gasdurchgang bei Injektionsdrücken bis 80 bar Gasdruck messbar, was gleichzeitig die geforderte Gasdichtheit belegt.


Insgesamt zeichnet sich die A1-Sorelbaustoffrezeptur durch Eigenschaften wie mindestens Volumenkonstanz, hohe bis mittlere Festigkeiten und hohe Dichtheit aus. Obwohl wegen des nicht auszuschließenden Auftretens der 5-1-8 Phase infolge von Rezepturschwankungen bei der technologischen Verarbeitung der Baustoff im thermodynamischen Sinne formal nicht langzeitbeständig bei Lösungskontakt ist, belegen die vorliegenden Ergebnisse zu den mechanischen und hydraulischen Eigenschaften nach einem Lösungszutritt, dass auch dann der ausschließlich

²¹ Hier als Anströmpermeabilität ausgewiesen, weil es nur in einem Fall zu einer vollständigen Durchströmung kam.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 155 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	


baustoffbezogene „Integritätsnachweis“ (Vorliegen bzw. Erhalt von Eigenschaften) geführt werden kann. Die nach Lösungszutritt gemessenen Eigenschaften verändern sich unter Berücksichtigung des ohnehin vorliegenden Streubereiches für A1-Baustoffwerte praktisch nicht, so dass die bestehenden Anforderungen weiterhin eingehalten werden. Es wurde nachgewiesen, dass 5-1-8 Phasenanteile festigkeitserhöhend wirken bzw. sich die Dichtheit (infolge der nachgewiesenen Selbstabdichtung) sogar noch erhöht. Insofern ist zu überlegen, ob eine Verschiebung des MgO-Rezepturanteils in Richtung 5-1-8 Phasenbildung in Bezug auf die hydraulische Integrität der Schachtverschlüsse nicht sogar positiv ist.

Zur Absicherung der vorliegenden Ergebnisse wird empfohlen das Kompaktionskriechen unter Einspannung anhand isostatischer Kriechversuche genauer zu quantifizieren.


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 156 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

LITERATURVERZEICHNIS


- ASSE-GMBH (2010): Notfallplanung zur Minimierung der Konsequenzen eines auslegungsüberschreitenden Lösungszutritts. – KZL: 9A/23700000/BAU/GH/BZ/0003/00, Asse-GmbH, Remlingen, 23.02.2010.
- AtG (2018): Atomgesetz in der Fassung der Bekanntmachung vom 15. Juli 1985 (BGBl. I S. 1565), das zuletzt durch Artikel 1 des Gesetzes vom 10. Juli 2018 (BGBl. I S. 1122) geändert worden ist
- BfS (2011): Protokoll des Fachgespräches zum Sorelbeton A1, 04.10.2011, BfS-KZL: 9A/33510000/GHS/CA/0001/00
- BfS (2017): Deutschsprachiges Glossar – Vorsorgemaßnahme, https://www.asse.bund.de/Asse/DE/service/Glossar/_functions/glossar.html?cms_lv2=6048576, 24. April 2017
- BIANCO (1951): Formation de chlorures basiques de magnésium de 50°C à 175°C, par voie aqueuse. – (Bianco, Y.), C. R. Acad. Sci. 232, P. 1108 – 1110.
- BMU (2010): Sicherheitsanforderungen an die Endlagerung wärmeentwickelnder radioaktiver Abfälle. - Stand 30. September 2010
- D'ANS (1955): Über basische Magnesiumchloride. – (D'Ans, J.; Busse, W.; Freud, H. E.), Kali Steinsalz 8, 1955, S. 3 – 7.
- DBE TEC (2006): Konzeptplanung Verfüllung und Verschluss der Schächte 2 und 4 des Bergwerkes Asse. - (Pöhler, M.; Müller-Hoeppe, N.), DBE Technology GmbH, Peine, Stand 04.09.2006.
- DBE TEC (2008): Sorelbeton A1 – Rezepturzusammensetzung und Materialeigenschaften. – (Engelhardt, J.), DBE Technology GmbH, Peine, Stand 15.12.2008.
- DIN EN 12390-3: Prüfung von Festbeton – Teil 3: Druckfestigkeit von Probekörpern, Juli 2009, berichtigt: November 2011.
- DE WOLFF (1953): The Crystal Structure of $Mg_2(OH)_3(Cl, Br) \cdot 4H_2O$. – (De Wolff, P. M.; Walter-Lévy, L.), Acta Cryst., 1953, Issue 6, P. 40 - 44.
- DGEG (1979): Empfehlung Nr. 2 - Dreiaxiale Druckversuche an Gesteinsproben. – Deutsche Gesellschaft für Erd- und Grundbau, Arbeitskreis Nr. 19 „Versuchstechnik Fels“, erschienen in „Die Bautechnik 56“ (1979), Heft 7, S. 221 – 224.
- ERCOSPLAN / IFG LEIPZIG (2009): Untersuchungsprogramm Blindschacht 4, 800-m-Sohle bis 850-m-Sohle. – PKZ 16/-/ERV/GH/LF/0002/00, Abschlussbericht, ERCOSPLAN Ingenieurgesellschaft Geotechnik und Bergbau mbH und Institut für Gebirgsmechanik GmbH, Erfurt, 04.02.2009, erstellt im Auftrag der Asse-GmbH.
- ERCOSPLAN / TU BA FREIBERG / Stellungnahme zur Beurteilung der Langzeitstabilität von Sorel-

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 157 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

- IFG LEIPZIG (2010): beton unter Berücksichtigung der spezifischen Bedingungen der Schachtanlage Asse II. – Stellungnahme, ERCOSPLAN Ingenieuresellschaft Geotechnik und Bergbau mbH, TU Bergakademie Freiberg, Institut für Gebirgsmechanik GmbH, BFS-KZL: 9A/33510000/GHS/BV/0001/00, Erfurt, 12.11.2010, erstellt im Auftrag des BfS.
- ERCOSPLAN (2015): Vergleichende Untersuchungen zum Materialverhalten von Sorelbetonen. - (Lehmer, B.; Freyer, D.; Popp, T.) – Bericht, ERCOSPLAN Ingenieuresellschaft Geotechnik und Bergbau mbH, Erfurt, 30.11.2015, erstellt im Auftrag des BfS.
- FREYER ET AL. (2015): Zusammenhang von Chemismus und mechanischen Eigenschaften des MgO-Baustoffes. – (Freyer, D.; Gruner, M.; Popp, T.), Freiburger Forschungsheft E15 – Naturwissenschaften, 1. Auflage, 2015, Verlag der TU Bergakademie Freiberg, ISBN 978-386012-516-8.
- GEBRANDE (1982): Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik, Neue Serie, Gruppe V: Geophysik und Weltraumforschung, Bd. 1, Physikalische Eigenschaften der Gesteine, Teilband b. – (LANDOLT-BÖRNSTEIN), Springer-Verlag, 1982.
- GTS (2010): Entwicklung eines Grundkonzeptes für langzeitstabile Streckendämme im leichtlöslichen Salzgestein (Carnallitit) (02C1204), Teil 2: Erprobung von Funktionselementen in situ. – (Knoll, P. et al.), Bericht, Grube Teutschenthal Sicherungs GmbH, Dezember 2010.
- HEYDORN ET AL. (2015): Schachtanlage Asse II - Anwendungsversuch Pilotströmungsbarriere PSB A1. – (Heydorn, M.), Fachgespräch Verschlusssysteme aus Magnesiabaustoff, Freiberg, April 2015, Materialienband: http://www.ptka.kit.edu/downloads/ptka-wte-e/FG_Verschluss_2015_Vortraege_Web-Version.pdf.
- K-UTEC (2008): Weiterentwicklung von Magnesiabindern von der Strömungsbarriere hin zu einem Verschlusselement im Salinar. – Verbundprojekt (02C1214), Kali-Umwelttechnik GmbH, Sondershausen sowie Bauhaus-Universität Weimar, März 2008.
- MAUKE (2015): Stilllegung ERAM – In-situ-Versuch für ein Abdichtbauwerk im Anhydrit im Bergwerk Bleicherode. – (Mauke, R.), Fachgespräch Verschlusssysteme aus Magnesiabaustoff, Freiberg, April 2015, Materialienband: http://www.ptka.kit.edu/downloads/ptka-wte-e/FG_Verschluss_2015_Vortraege_Web-Version.pdf.
- MOENIG ET AL. (2012): Sicherheits- und Nachweiskonzept. Bericht zum Arbeitspaket 4, Vorläufige Sicherheitsanalyse für den Standort Gorleben. – (Mönig, J.; Buhmann, D.; Rübel, A.; Wolf, J.; Baltes, B.; Fischer-Appelt, K.), GRS-277, ISBN 978-3-939355-53-3, Gesellschaft für Anlagen- und Reaktorsicherheit, Köln, Juni 2012.


 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 158 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

- PANNACH ET AL. (2017): Solubility Equilibria in the System $Mg(OH)_2$ - $MgCl_2$ - H_2O from 298 K to 393 K. – (Pannach, M.; Bette, S.; Freyer, D.), J. Chem. Ing. Data 2017, Heft 62, S. 1384 – 1396.
- RUNČEVSKI ET AL. (2014) Dehydration of the sorel cement phase $3Mg(OH)_2 \cdot MgCl_2 \cdot 8H_2O$ studied by in situ synchrotron X-ray powder diffraction and thermal analyses. – (Runčevski, T.; Dinnebier, R.E.; Freyer D.), Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie (ZAAC) 2014, Heft 640, S. 100 – 105.
- SUGIMOTO ET AL. (2007): Structure determination of $Mg_3(OH)_5Cl \cdot 4H_2O$ (F5 phase) from laboratory powder diffraction data and its impact on the analysis of problematic magnesia floors. – (Sugimoto, K.; Dinnebier, R. E.; Schlecht, T.), Acta Cryst. 2007, Band 63, S. 805 – 811.
- THEREDA (2017): Berechnungsergebnisse auf Basis der Thermodynamischen Referenz-Datenbasis (THEREDA), www.thereda.de, 1. Release: System Na, K, Mg, Ca - Cl, SO_4 - H_2O (I) (polytherm), THEREDA_PIT_CAPP_r01.dat, 2013-07-04
- TSIRELSON ET AL. (1998): X-ray and electron diffraction study of MgO . – (Tsirelson, V.G.; Avilov, A.S.; Abramov, Y.A.; Belokoneva, E.L.; Kitaneh, R.; Feil, D.), Acta Cryst. 1998, Band 54, S. 8 – 17.
- Uzdowski 1997 New and revised data for solid-solution equilibria of the quinary system Na_2Cl_2 - K_2Cl_2 - $MgCl_2$ - Na_2SO_4 - K_2SO_4 - H_2O . – (Uzdowski, E.; Stahl, I.; Wambach-Sommerhoff, K. R.), Neus Jahrbuch für Mineralogie, Monatshefte, 1997, S.15-33.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 159 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

GLOSSAR


- Abbindereaktion** Reaktion zwischen einer Festphase (Bindemittel, meist in feinverteilter Form) und einer Anmischlösung, bei welcher es durch Phasenneubildung zur Verfestigung der Ausgangssuspension (Gemisch aus Bindemittel und Anmischlösung) kommt.
- Abfall, radioaktiver** Radioaktive Stoffe im Sinne des § 2 Abs. 1 und 2 des Atomgesetzes (AtG), die nach § 9a Abs. 1 Nr. 2 AtG geordnet beseitigt werden müssen. (AtG 2018)
- Barriere** Barrieren sind natürliche oder technische Komponenten des Endlagersystems. Barrieren sind bsw. die Abfallmatrizen, die Abfallbehälter, die Kammer- und Schachtverschlussbauwerke, der einschlusswirksame Gebirgsbereich (ewG) und die diesen ewG umgebenden oder überlagernden geologischen Schichten. Eine Barriere kann verschiedene Sicherheitsfunktionen wahrnehmen. Die Sicherheitsfunktion einer Barriere kann eine physikalische oder chemische Eigenschaft oder ein physikalischer oder chemischer Prozess sein. (BMU 2010)
- Dichtelement** Ein Dichtelement ist Bestandteil einer technischen Barriere. Es hat die Aufgabe, gegen das Eindringen bzw. Austreten von Fluiden einerseits und den Transport von Radionukliden andererseits zu wirken. (MOENIG ET AL. 2012)
- Expansionsdruck** Ein Expansionsdruck baut sich auf, wenn die Volumenzunahme eines Stoffes durch die mechanischen Randbedingungen teilweise oder vollständig behindert wird.
- Gegenflutungslösung** Magnesiumchloridlösung, die im Rahmen einer Notfallmaßnahme auf der Schachtanlage Asse II zum Einsatz kommen soll. (nach ASSE-GMBH 2010)
- Integrität** Der Begriff Integrität beschreibt den Erhalt des Einschlussvermögens der einschlusswirksamen Eigenschaften einer Barriere (MOENIG ET AL. 2012).
- Integritätsnachweis** Der Begriff „Integritätsnachweis“ wird im Endlagerbereich üblicherweise für den geomechanischen Nachweis der Eignung der geologischen Barriere unter den langfristig wirkenden thermo-mechanischen Beanspruchungen auf Basis allgemein akzeptierter Kriterien (Dilatanz- bzw. Minimalspannungskriterium) verwendet.
- Hier wird der Begriff abgewandelt und nur auf den Baustoff bezogen, verwendet. Wenn ein Baustoff thermodynamisch nicht langzeitstabil ist, wird durch den baustoffbezogenen Integritätsnachweis belegt, dass die für eine Sicherheitsfunktion notwendigen Eigenschaften unter den vorherrschenden Bedingungen (z.B. vor und nach Lösungszutritt) dauer-

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 160 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	


haft im Sinne der Anforderungen erhalten bleiben. Nachweiskriterien sind dabei je nach Einsatz (Dichtelement oder Widerlager) die aus dem Sicherheitskonzept resultierenden Anforderungen für Festigkeit und Dichtheit des Baustoffs.

Die generelle Einhaltung der Anforderungen ist bauwerksspezifisch auf Basis der gemessenen Baustoffeigenschaften anhand numerischer Berechnungen zu belegen. Daraus resultiert der geotechnische Integritätsnachweis für das Gesamtbauwerk im Sinne des Schachtverschlusskonzeptes.

- Kristallisationsdruck** Eine Art des Expansionsdruckes, der sich aufbaut, wenn die Volumenzunahme infolge von Kristallisation (Umkristallisation einer bestehenden Phase oder Phasenneubildung) teilweise oder vollständig behindert wird.
- Nachweiszeitraum** Zeitraum für den die Sicherheitsnachweise zu erbringen sind. (BMU 2010)
- R-Lösung** Im quinären System Na^+ , K^+ , Mg^{2+} / Cl^- , SO_4^{2-} - H_2O stehen im Punkt R vier feste Phasen (Halit, Carnallit, Kieserit, Kainit) mit der Lösung im Gleichgewicht. Diese Lösung besitzt konkrete Ionenkonzentrationen des Systems und wird R-Lösung genannt. (Usdowski 1997)
- Robustheit** In Anlehnung an (BMU 2010) wird mit Robustheit, die Zuverlässigkeit und Qualität und somit die Unempfindlichkeit der Sicherheitsfunktionen der technischen Barrieren bzw. des verwendeten Baustoffes gegenüber inneren und äußeren Einflüssen sowie Störungen bezeichnet.
- Sicherheitsfunktion** Eine Sicherheitsfunktion ist eine Eigenschaft oder ein im Endlagersystem ablaufender Prozess, die bzw. der in einem sicherheitsbezogenen System oder Teilsystem oder bei einer Einzelkomponente die Erfüllung der sicherheitsrelevanten Anforderungen gewährleistet. (BMU 2010)
- Verschluss** In Anlehnung an (BMU 2010) wird hier als Verschluss, der dichte Verschluss der Schächte Schachtanlage Asse bezeichnet, um sicherzustellen, dass keine Radionuklide in die Atmosphäre gelangen können.

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1		
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 161 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

ANHÄNGE

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 162 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 1:

Datenblatt zur Anmischlösung der Asse-GmbH

Standortüberwachung
 Prüflabor für Bau- und Feststoffe,
 Prüflabor Fluide
 Am Walde 2
 38319 Remlingen

blau hinterlegte Felder sind für die Eingabe von Daten vorgesehen

Asse-GmbH – Gesellschaft für Betriebsführung
 und Schließung der Schachtanlage Asse II

Probebezeichnung: AF 2011-35509 13:59
Probenahmedatum: 20.12.2011
Messdatum: 20.12.2011

Haupt- und Nebenbestandteile¹⁾:

Al	mg/L	0,02	
B	mg/L	77,18	
Br	mg/L	3492	
Ca	mg/L	48,78	
Co	mg/L	< 0,01	n.n.
Cr	mg/L		
Cu	mg/L	0,40	
Fe ges.	mg/L	2,51	
K	mg/L	499	
Li	mg/L	3,93	
Mg	mg/L	108375	
Mn	mg/L	14,40	
Na	mg/L	< 1159	
Ni	mg/L	< 0,03	
P	mg/L	9,01	
Pb	mg/L	< 0,05	
SO ₄	mg/L	20582	
Si	mg/L	0,94	
Sn	mg/L		
Sr	mg/L	0,27	
Zn	mg/L	2,65	n.n.
Cl	titriert (0,1n AgNO ₃ lg.) ²⁾	311010	

¹⁾ gemessen mit ICP-OES Spectro CIROS VISION, Mittelwert aus 10 Einzelmessungen

²⁾ gemessen mit Titriergerät DL 50 Graphix von Mettler-Toledo, Einzelmessung


³⁾ aus zwei Referenzmessungen

⁴⁾ aus anderer Verdünnung

k.A. = keine Angabe

n.n. = nicht nachgewiesen

n.b. = nicht bestimmt

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 164 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 2:

Protokoll zum Anmischversuch von A1-Baustoff am 07.02.2012 in Freiberg

Teilnehmer

IfG: Herr Dr. Popp, Herr Dipl. Geol. Röhlke,
IfAC, TU BA F: Frau Dr. Freyer, Frau Dipl. Chem. Paschke

Zielstellung

Durchführung eines Anmischversuches von A1-Baustoff mit Befüllung der und IfG- und IfAC-Probenzellen sowie Auswahl eines geeigneten Rührers (Standardhandrührer bzw. Eimermischer der Fa. THB Beckel) / Handhabungsversuch / Überprüfung der Infrastruktur

Mischer

Aufgrund der IfG-Erfahrungen sollte vorrangig der nachfolgende Eimermischer (Fa. THB Beckel, <http://www.baustoffprueftechnik.de>) bzgl. seiner Eignung zum Anmischen von A1-Baustoff getestet werden:

- Zwangsmischer für Betone aller gängigen Korngrößen, Mörtel u.a.;
- optimal geeignet zur Herstellung von Kleinstmengen an Mischgut (z.B. in Laboren):
 - Anmischung in PE-Baueimer, 20 L Inhalt (ausreichend zur Herstellung von ca. 12 L Baustoffsuspension),
 - Spannungsebene / Anschlussleistung: 230 V / 0,75 kW.

Bei diesem Mischertyp ist der Baustoffeimer drehbar eingespannt (Drehzahl ca. 100 u/min), während das Rührwerk (zentraler Schaufelarm sowie Boden- und Seitenabstreifer) starr stehen.


Mischvorgang

Eingesetzt wurden entsprechend der A1-Rezeptur und DBE-Herstellungsanweisung folgende Mengen (Einwaage mit Laborwaage; 0,1 g Auflösung bei 10 kg):

- 15 kg Trockenmischung (MgO mit Salzgrus),
- 5 kg Anmischlösung.

Beide Komponenten wurden mit der Lieferung am 12.01.2012 durch die Asse-GmbH bereitgestellt, wobei die Reaktivität des MgO für den späteren relevanten A1-Rezepturansatz zu hoch war.

Die Trockenmischung wurde bei laufendem Rührer in die Anmischflüssigkeit gegeben. Aufgrund der anfänglichen Zähigkeit der Suspension war die Haftung an der Eimerwandung nicht ausreichend, um das Mischgut in Bewegung zu setzen. Erst nach Grob-Durchmischung mittels einer Kelle wurde die Mischung

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 165 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

kontinuierlich durchgerührt. Nach Justierung des Randabstreifers funktionierte der Mischer optimal. Die Mischzeit betrug 3 Min. Nach Beendigung des Mischvorgangs wird das Mischwerk herausgezogen und der Eimer kann entnommen werden.

Als Ergebnis wurde eine (gut durchgemischte) pastöse, wenig fließfähige Suspension erhalten, wobei vereinzelt Luftblasen auftraten. Selten traten einzelne Klumpen auf. Insgesamt wurde das Mischergebnis als gut eingeschätzt.

Befüllung der Probekörper

Mittels eines Plastikmessbechers (1 L) wurde eine vorbereitete IfG-Quelldruckzelle befüllt. Das Befüllen erfolgte bis zu der vorher bestimmten Füllstandsmarkierung. Danach wurde ein Filterpapier sowie eine Sinterscheibe aufgelegt. Dabei traten noch Handhabungsschwierigkeiten (Verkippen der Sinterscheibe) auf. Der weitere Zusammenbau war unproblematisch. Der obere Stempel wurde leicht vorgespannt, wobei z.T. Luft und Überschusslösung austraten.

Das Befüllen der IfAC-Zellen (3 Testzellen) ist aufgrund der pastösen Konsistenz aufwändiger als ursprünglich eingeschätzt. Für eine zügige Befüllung der umfangreichen Probenzellen werden 3 bis 4 Helfer eingeplant (d.h. 3 bis 4 Befülltrichter).

Die Restmengen der A1-Testmischung wurden zur Befüllung zweier KG-Rohre benutzt, die somit für Vorversuche zur Verfügung stehen.

Insgesamt verlief der Anmischversuch positiv, wobei dieser auch zur Überprüfung der Handhabung und der Betriebsabläufe unerlässlich war. Die Befüllung der 105 IfAC-Zellen sowie der 40 IfG-Zellen wird einen Tag erfordern.

Messung Expansionsdruck

In Erweiterung des ursprünglichen Messprogramms ist vorgesehen, für jedes der drei Temperatur-Zeit-Fenster jeweils zwei IfG-Zellen einzusetzen, die mit einer DMS-Querdehnungsmesseinrichtung (bis zu 120°C infolge Spezial-DMS-Kleber) zur Messung eines möglichen Expansionsdruckes ausgestattet wurden. Die Druckmessung soll über die gesamten TZF-Durchläufe kontinuierlich erfolgen, wofür z.Z. ein Datenlogger und entsprechende Messverstärker beschafft werden. Die Messleitungen werden durch die Türdichtungen des jeweiligen Temperaturschranks geführt (d = ca. 4,2 mm). Der Datenlogger wird in das LAN-Netz des IfAC eingebunden, so dass dieser über das Internet abgefragt und konfiguriert werden kann (IfAC klärt die entsprechenden Voraussetzungen).

Temperierschränke

Die programmierbaren Temperierschränke für die drei geplanten Temperatur-Zeit-Fenster sind vorbereitet. Sie sind ausreichend dimensioniert und weisen die nötige Traglast auf, um alle IfG- und IfAC-Zellen aufzunehmen.

Zellen

Für die IfG-Zellen sind alle Teilkomponenten fertig, wobei die Zellen noch provisorisch zusammengesetzt werden müssen. Die IfAC-Zellen sind fertig gestellt und für die Befüllung vorbereitet.

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 166 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Fotos zum Mischvorgang und Befüllung der IfG-Zelle:



Komponenten im Mischer



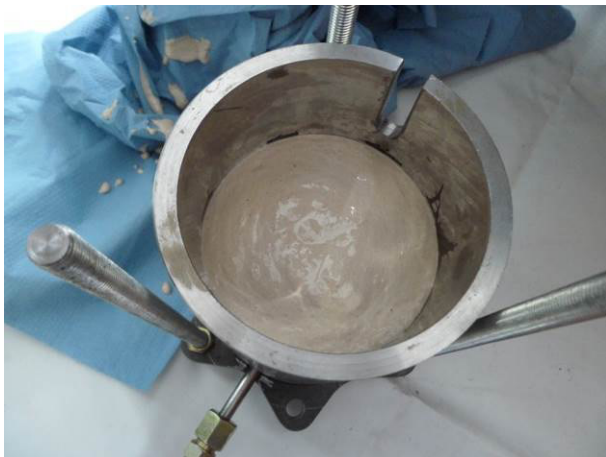
Grob-Durchmischung manuell



Durchmischung mittels Eimermischer



Befüllen der IfG-Zellen mittels Plastemessbecher



A1-Füllstand IfG-Zellen



Einlegen der Sinterscheibe (darunter Filterpapier)



Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1


Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.		Seite: 167 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018



Einsetzen Stempel



Auflegen Deckel

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Rev.	Seite: 168 von 229 Stand: 10.08.2018	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 3:

Protokoll zu den Suspensionsuntersuchungen

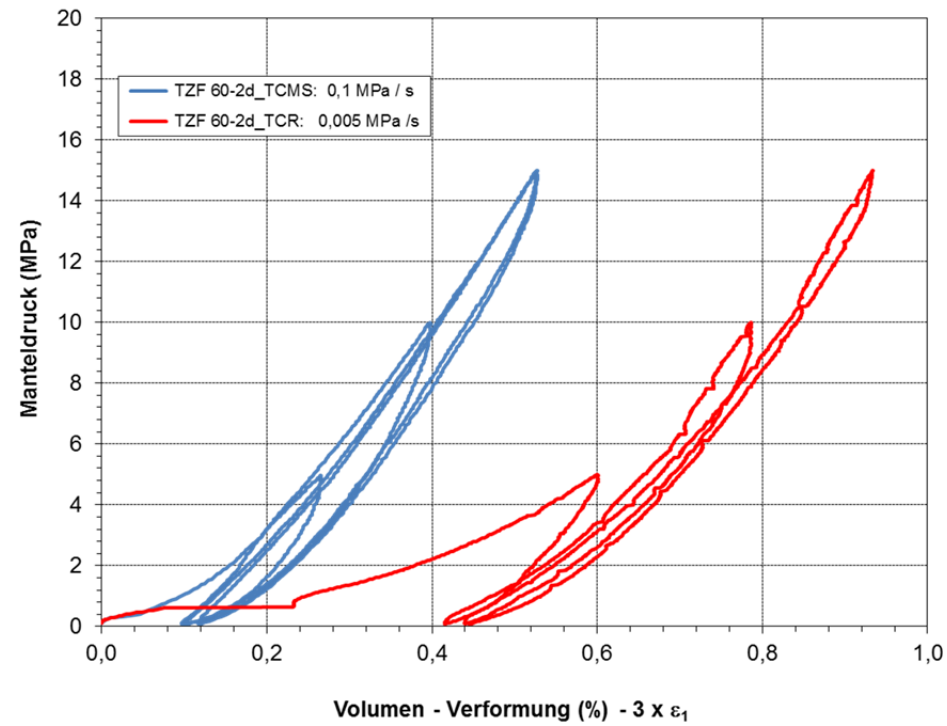
Arbeitsprotokoll vom 26.03.2012			
Erstellung von Probekörpern für Baustoffuntersuchungen			
Baustoff:		Sorelbeton A1	
Bearbeiter: Dr. D. Freyer (TU Bergakademie Freiberg), Th. Meyer (DBE TECHNOLOGY GmbH)			
Baustoffzusammensetzung für eine:		25 -kg-Mischung	
Baustoffkomponenten		[Ma-%]	[g]
Anmachflüssigkeit	MgCl ₂ -Lösung	25,0	6250
Zuschlagstoff	ESCO-Salz 0 - 4,0 mm	63,7	15925
Bindemittel	MgO (F4-200)	11,3	2825
Mischverfahren:			
MgCl ₂ -Lösung vorgelegt. Vorprodukt aus Steinsalzkörnung und MgO zugegeben und homogenisiert. Nach vollständiger Homogenisierung 3 Minuten mit ca. 60 U/min gemischt (Eimermischer THB; Fa. BECKEL).			
Bezeichnung der Probekörper:			
Sorel A1 / VP Lieferung Asse-GmbH vom 06.03.2012 / Temp. IS Pr. 1 26.03.2012			
Untersuchungsergebnisse der Suspension:			
Elektrische Leitfähigkeit (WTW LF 197)	mS/cm	16,20	
Temperatur (WTW LF 197)	°C	21,5	
Dichte (Spüluingswaage)	g/cm ³	1,88	
Fließrinnenmaß (Fließrinne)	mm	550	
Luftporengehalt (Luftgehaltsprüfer Fa. TESTING)	%	2,7	
Quasiadiabatische Maximaltemperatur (IS)	°C	60,0	
Bemerkungen:			
Anmischen ab 10:54 Uhr; Beginn Messung quasiadiabatische Temperaturentwicklung um 11:31 Uhr			

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 169 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

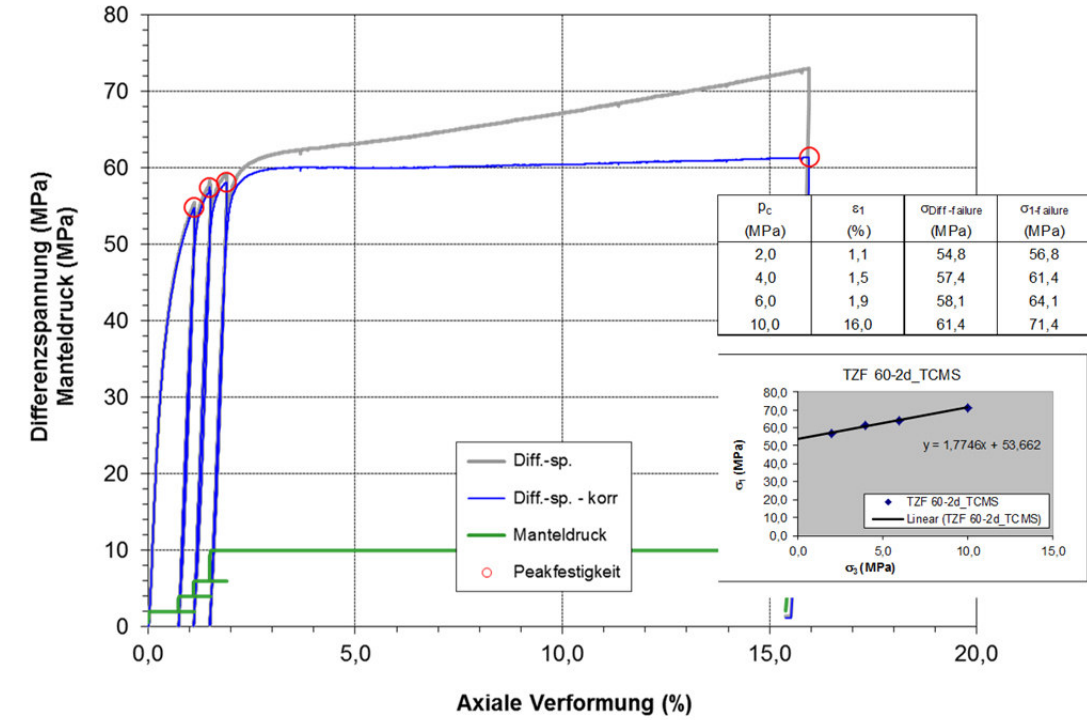
Anhang 4: Dokumentation der geomechanischen Versuche des Untersuchungsfeldes 1

Anhang 4.1: Probe TZF 60-2d

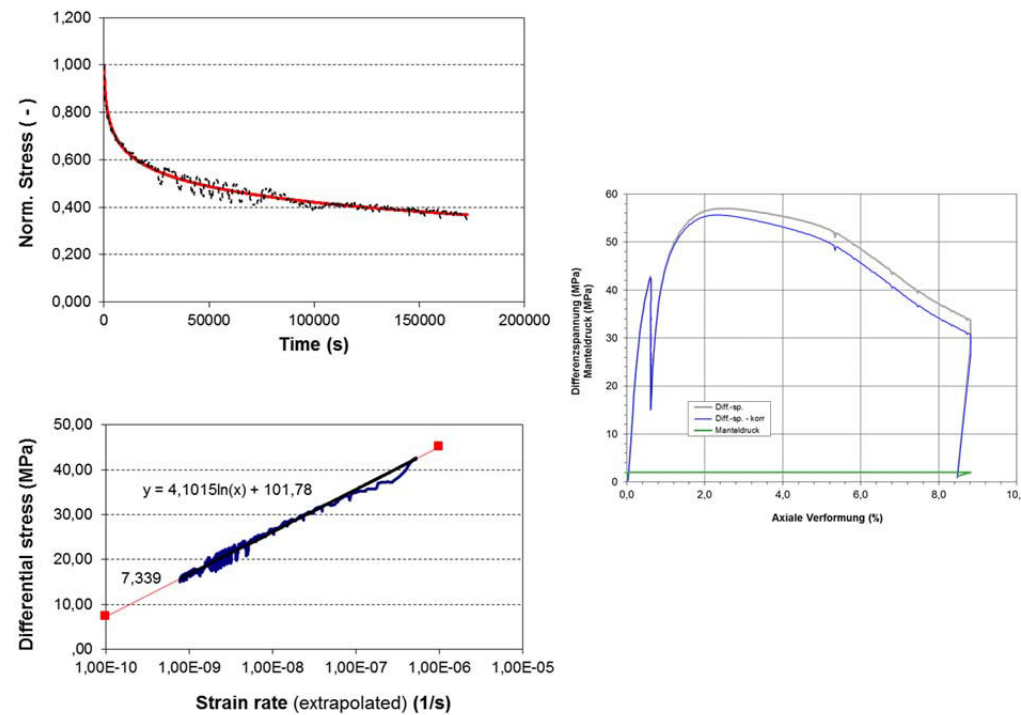
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



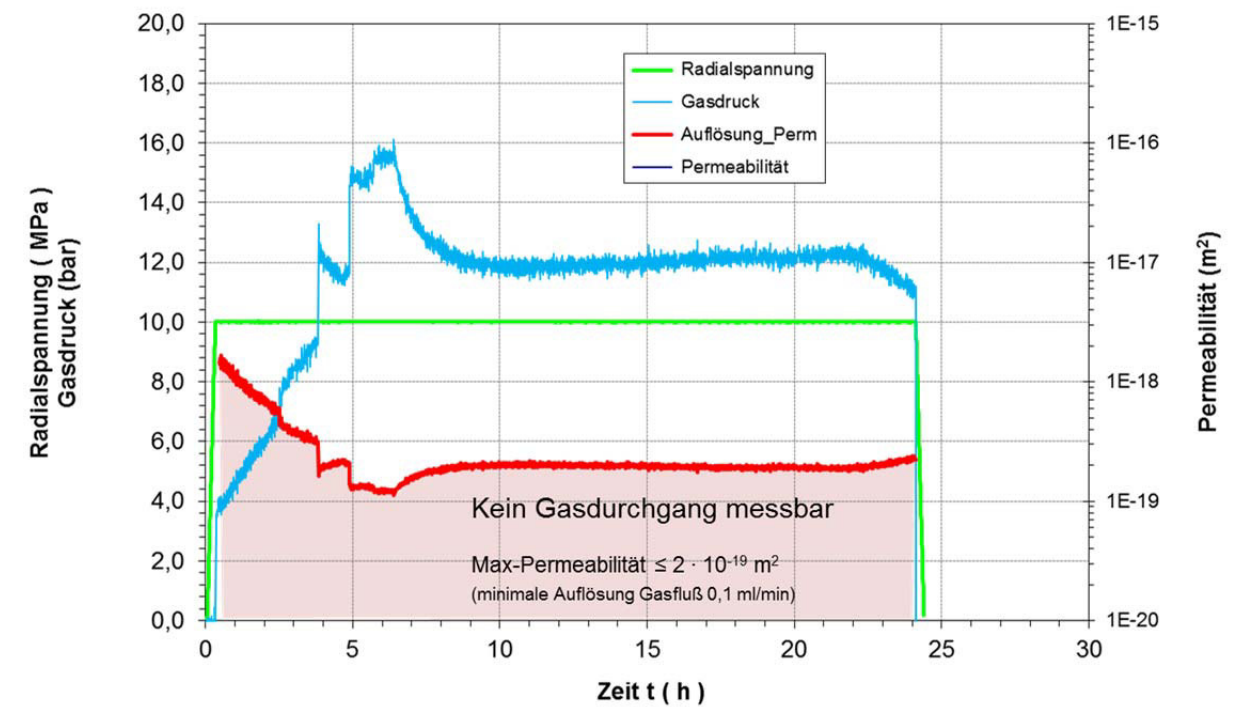
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

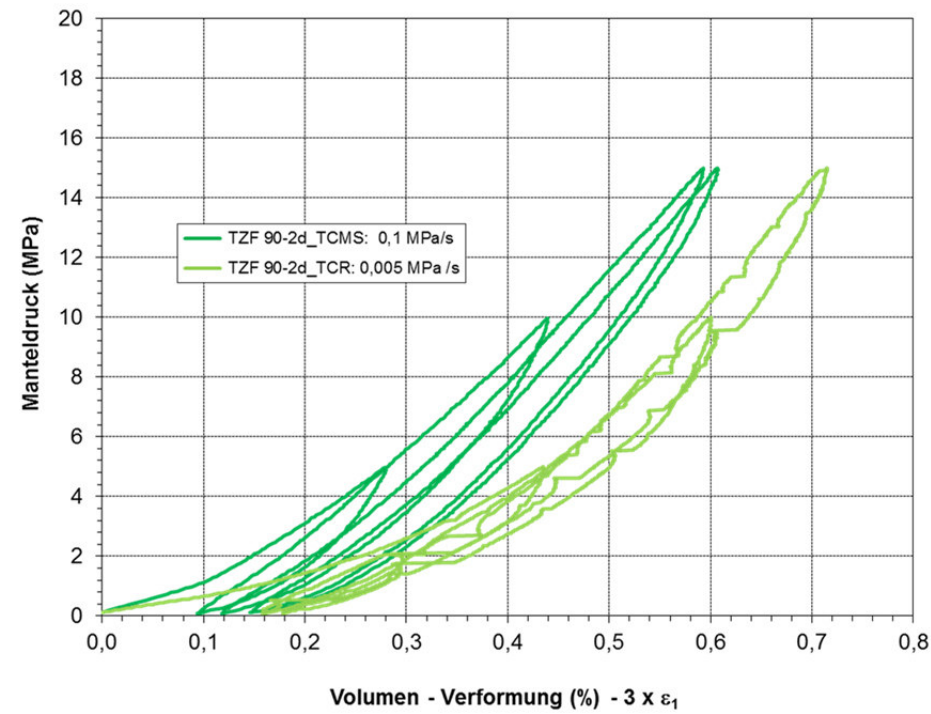




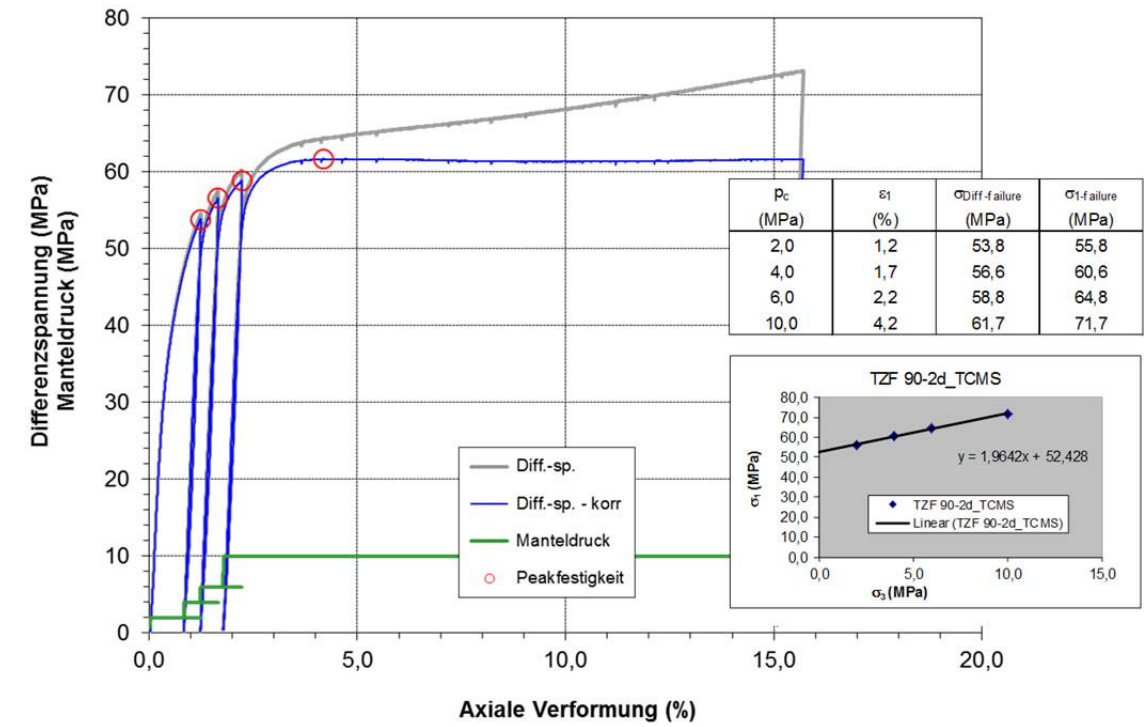
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 170 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 4.2: Probe TZF 90-2d

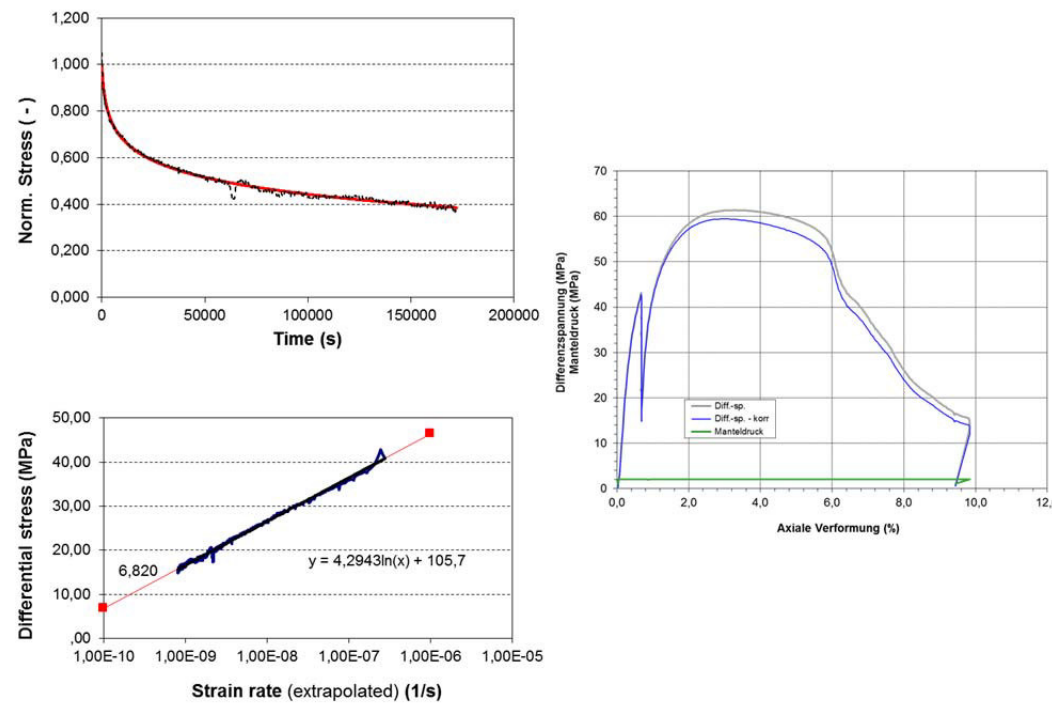
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



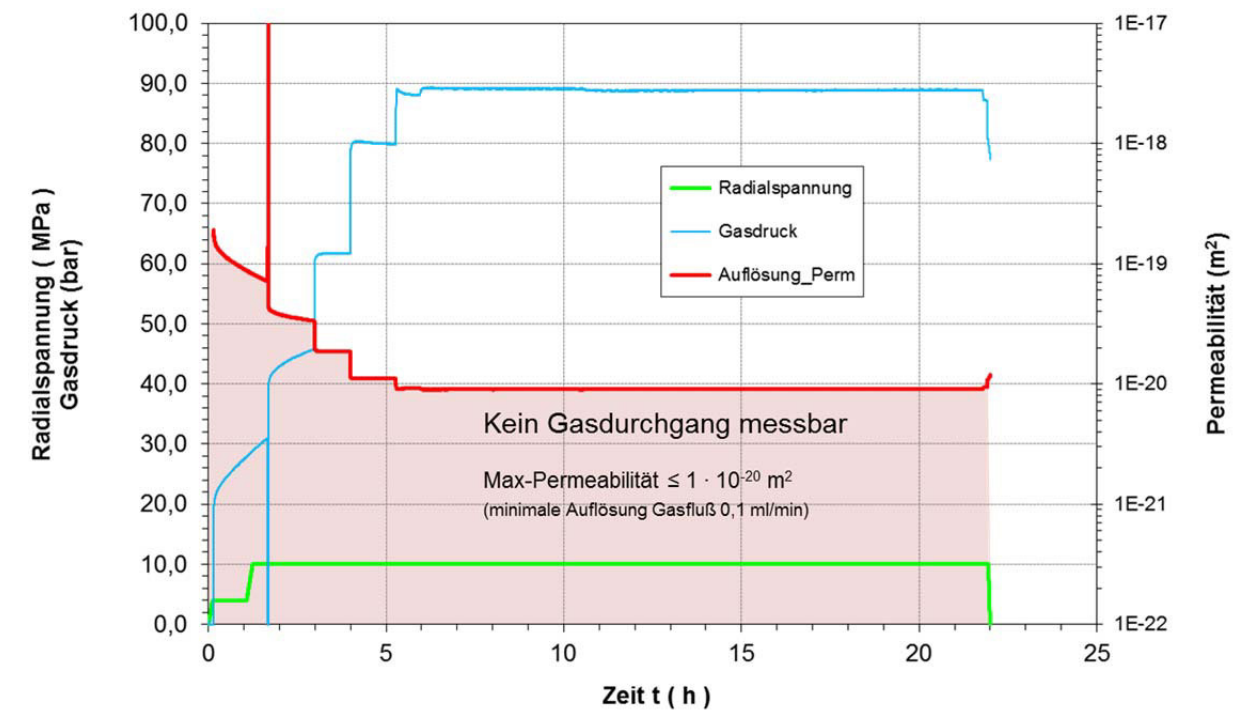
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch

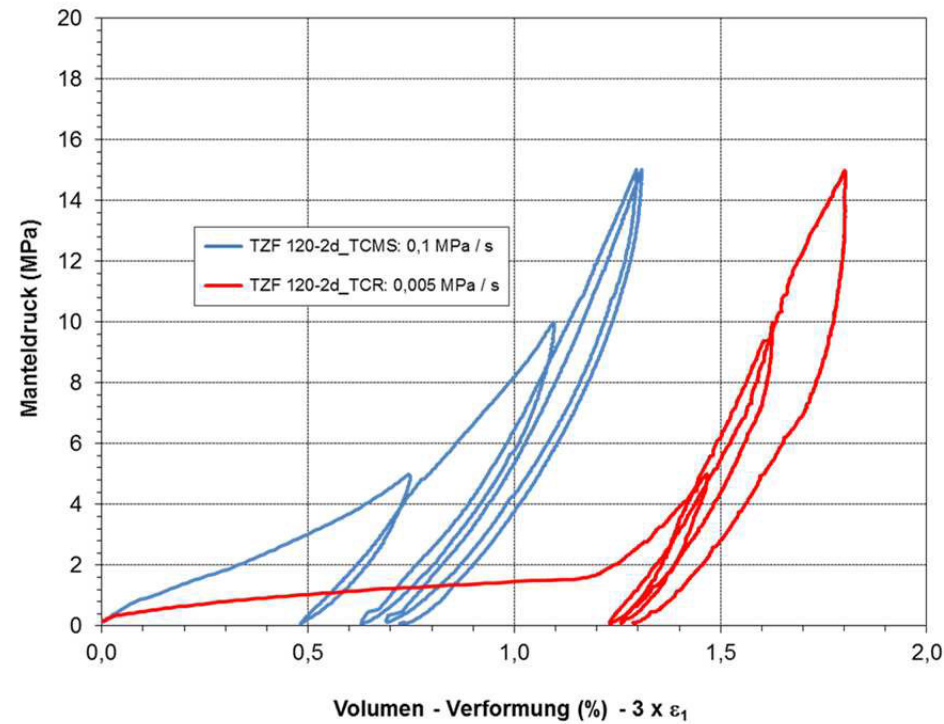


Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

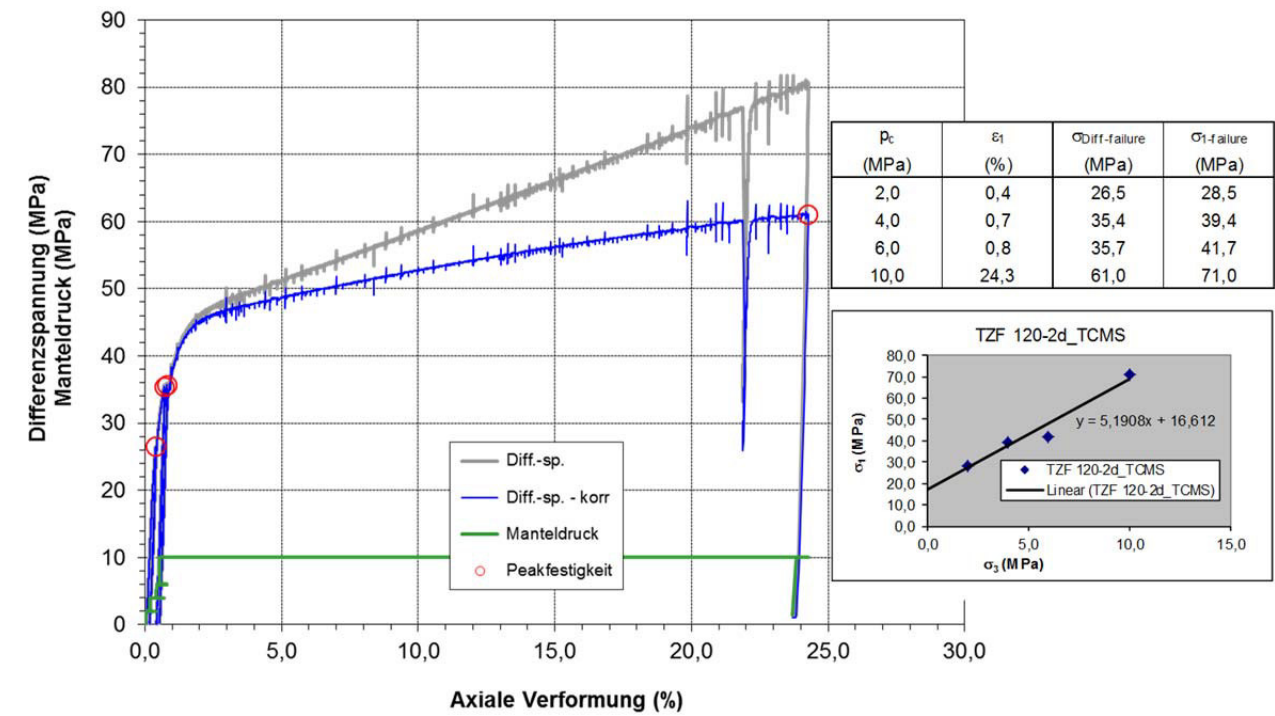


Anhang 4.3: Probe TZF 120-2d

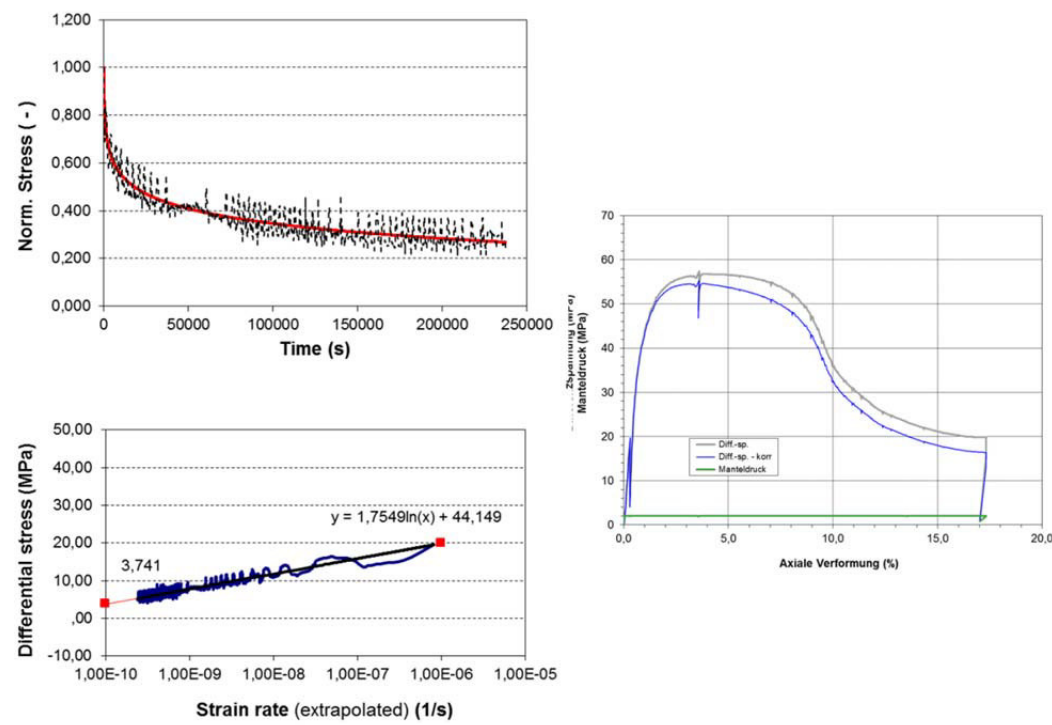
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



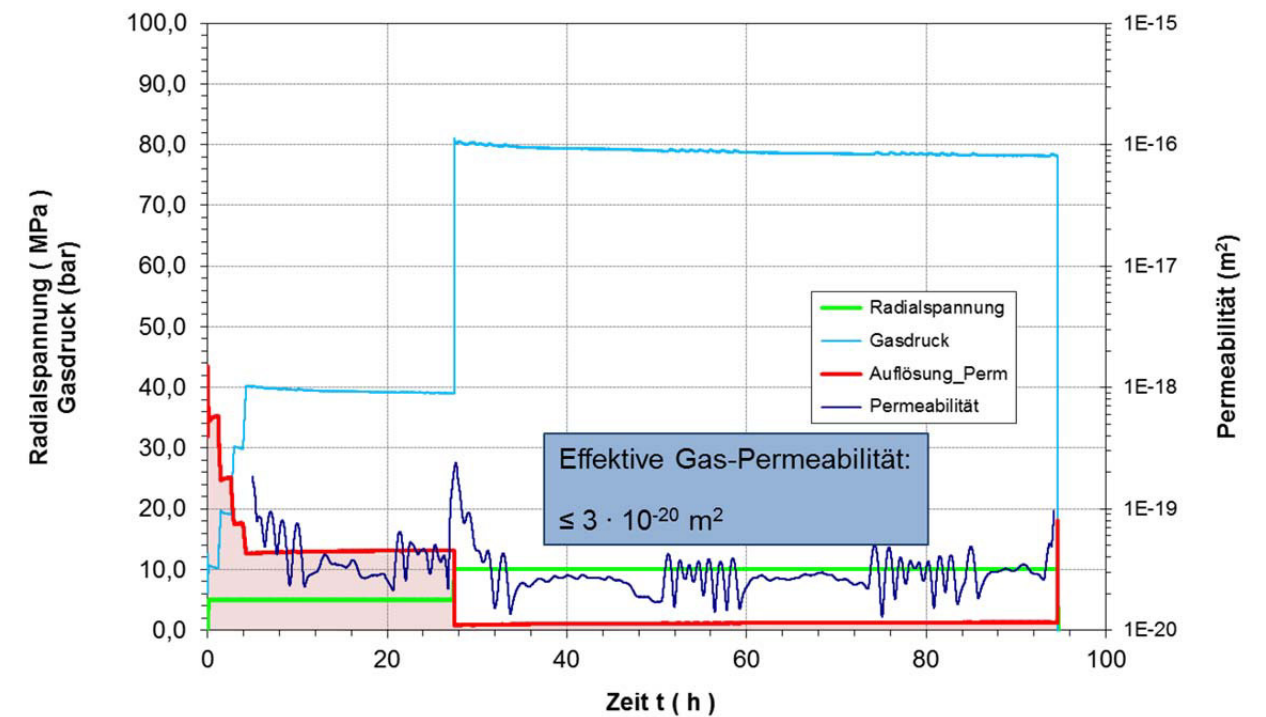
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch

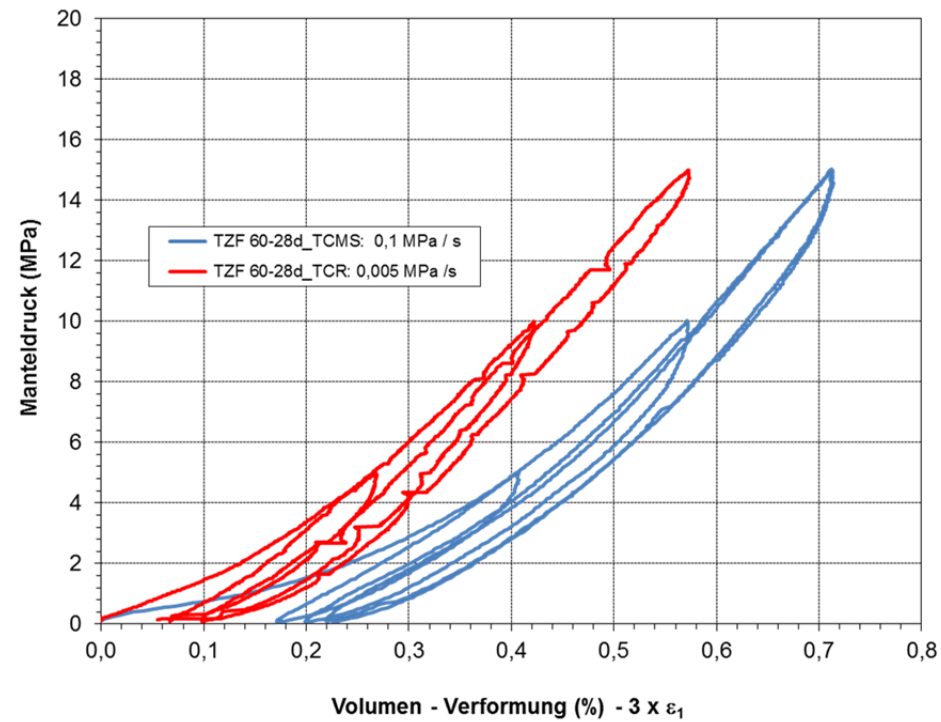


Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

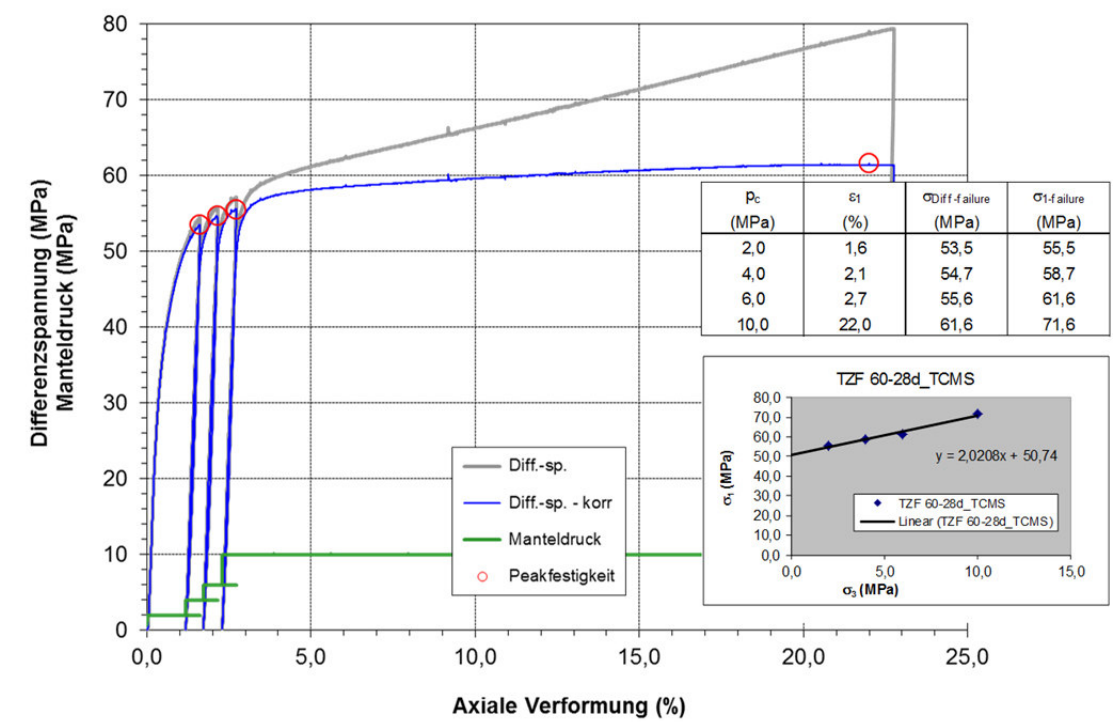


Anhang 4.4: Probe TZF 60-28d

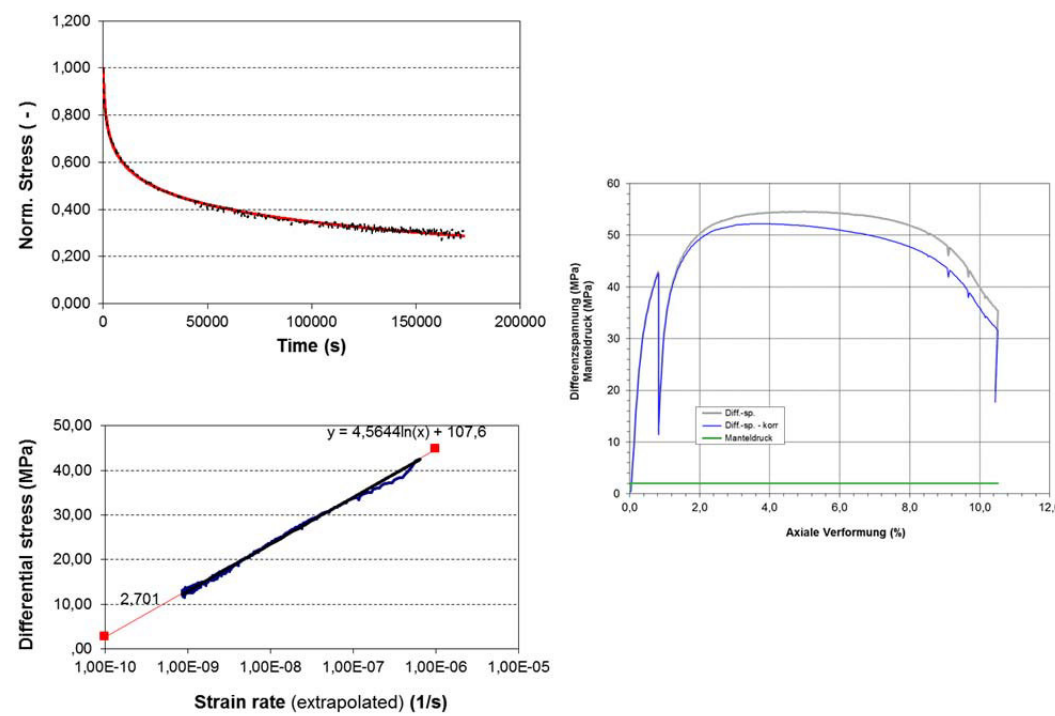
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



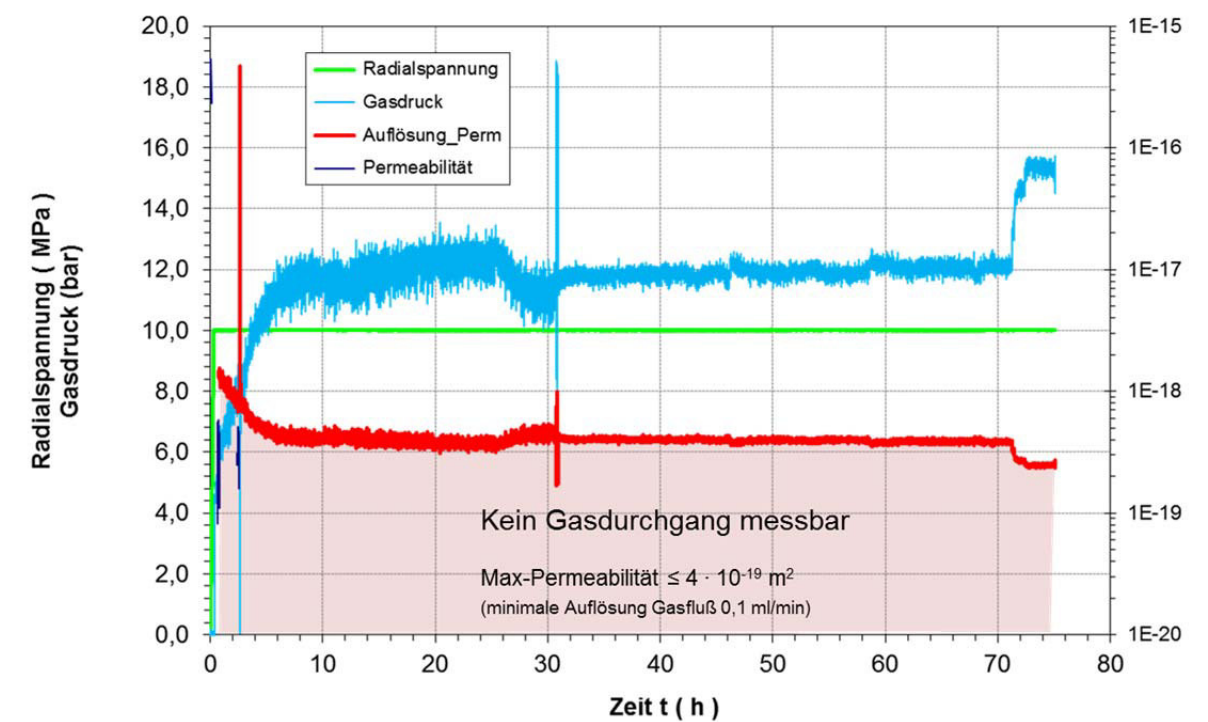
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

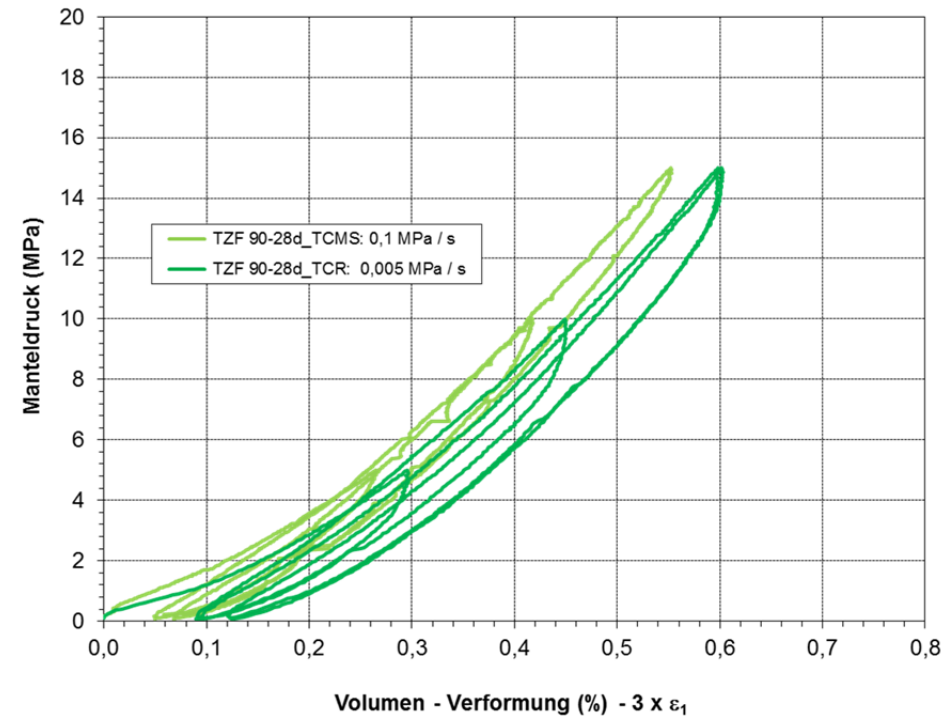




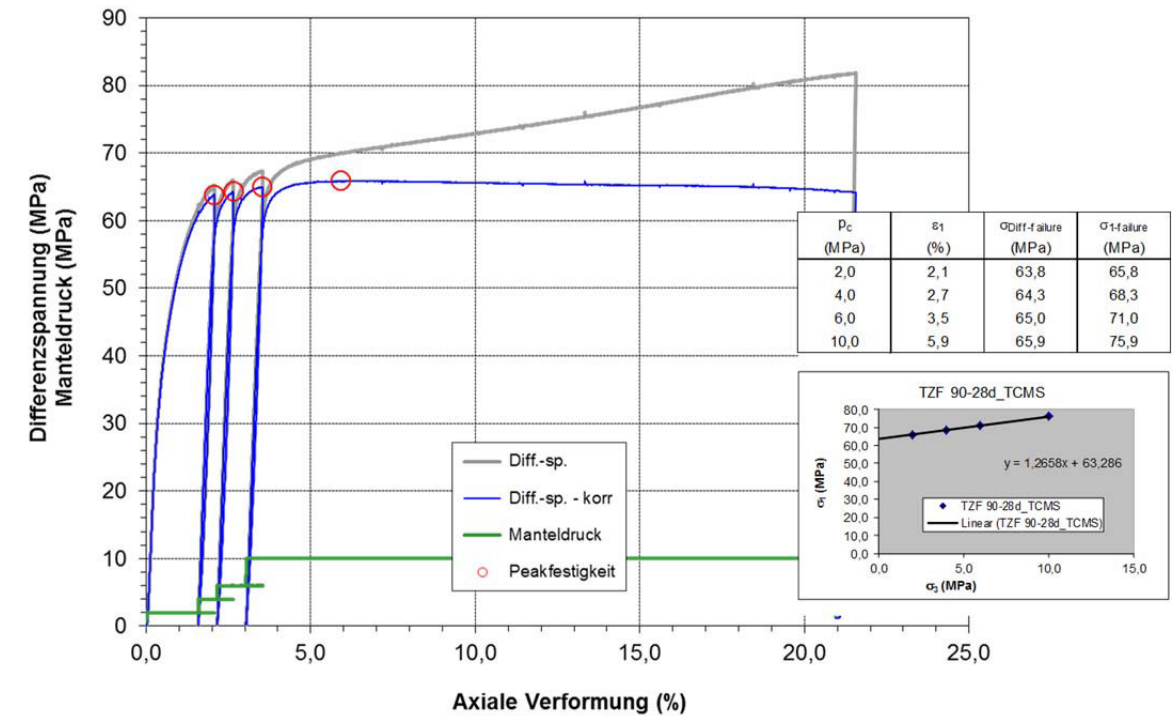
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN
9A	33510000	GHS	TS	0001	00

Anhang 4.5: Probe TZF 90-28d

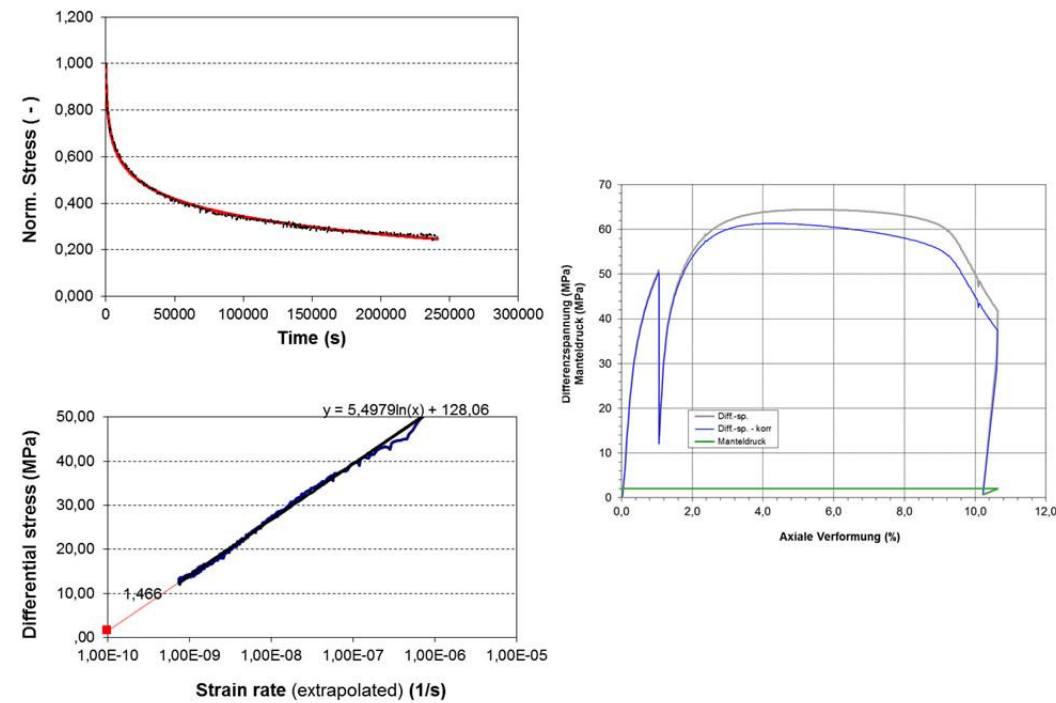
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



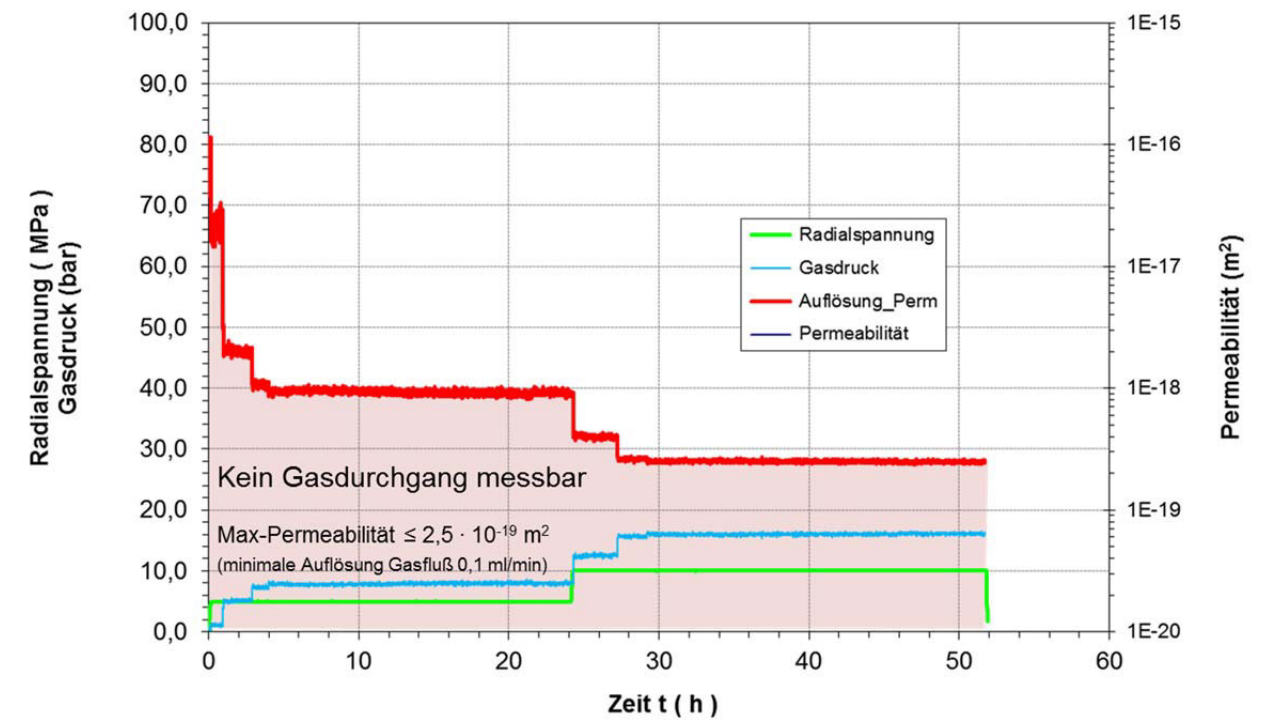
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

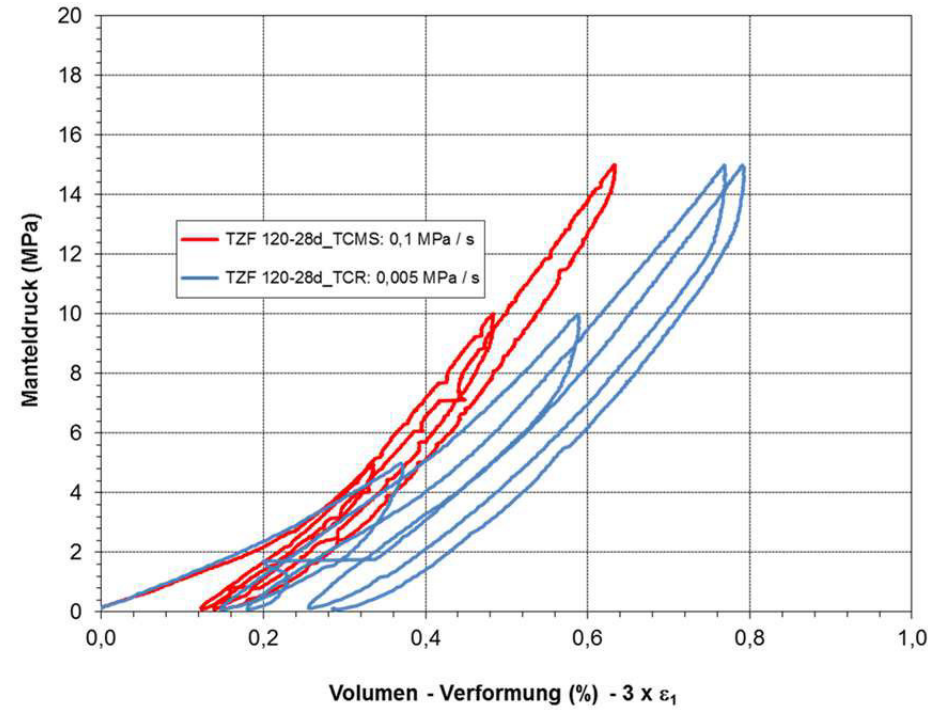




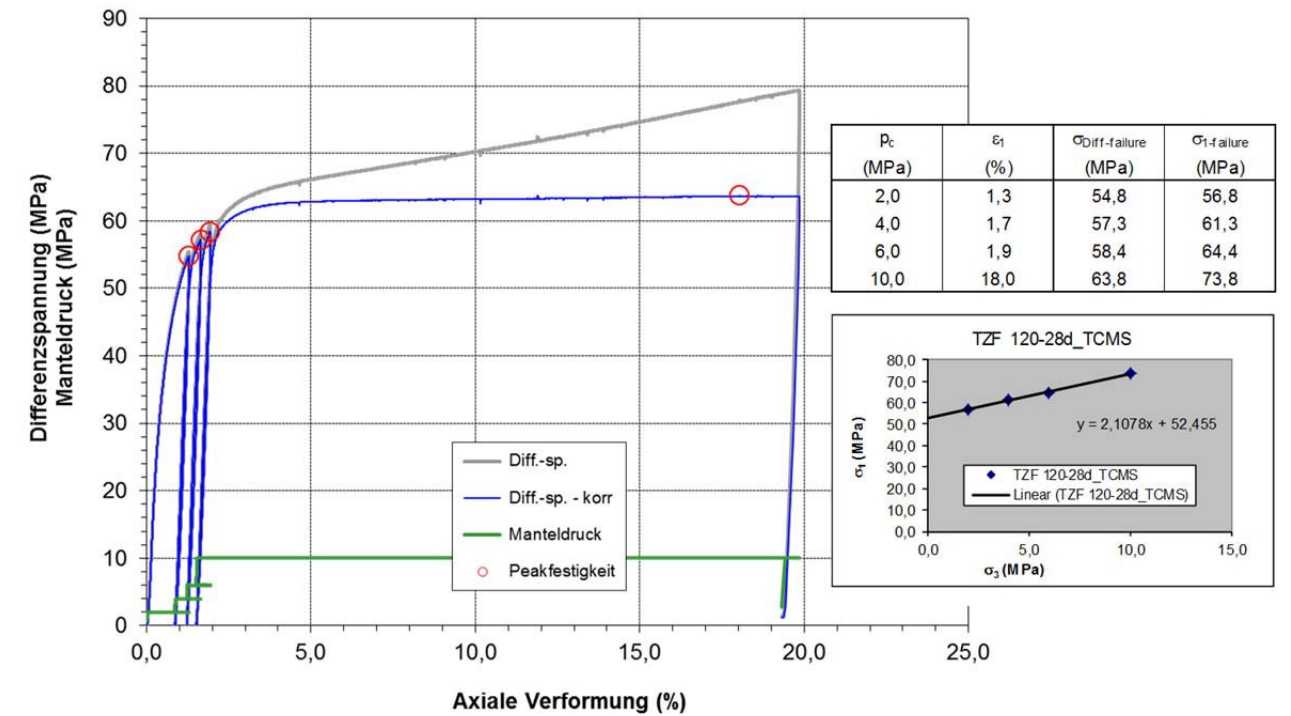
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 174 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.6: Probe TZF 120-28d

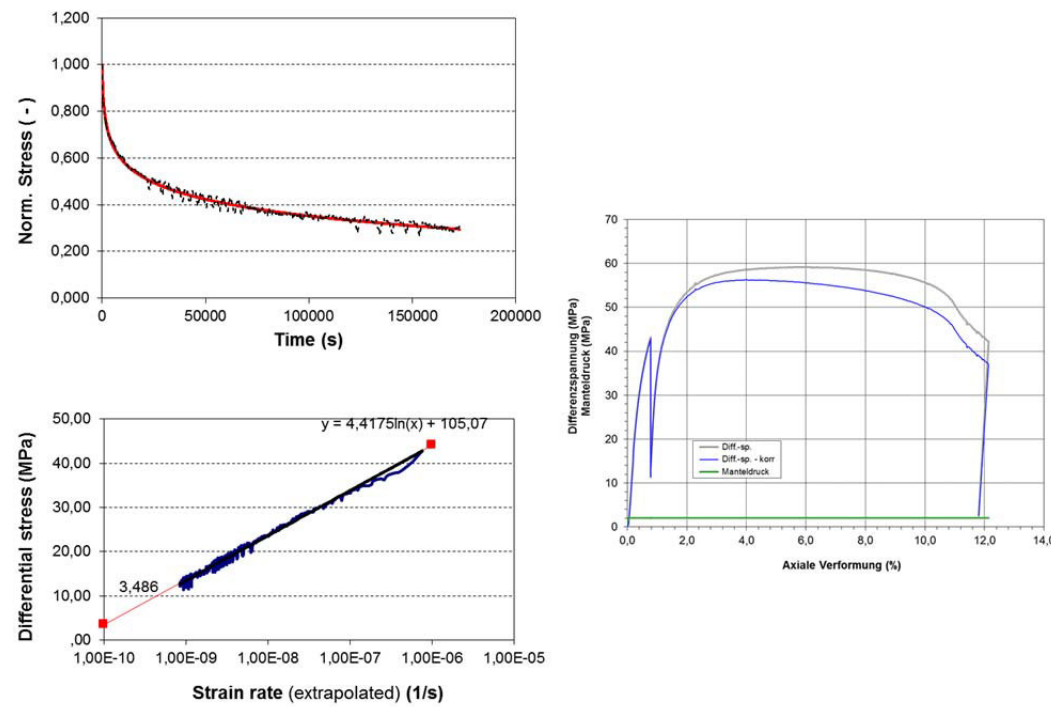
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



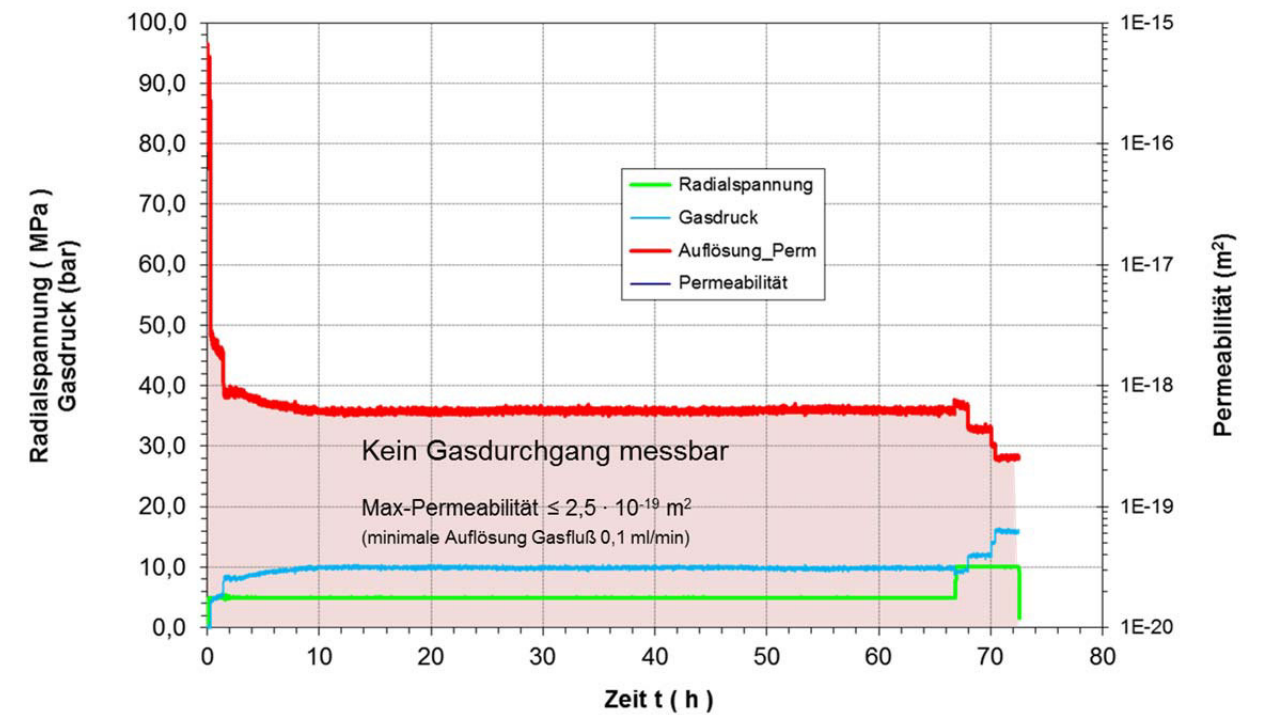
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



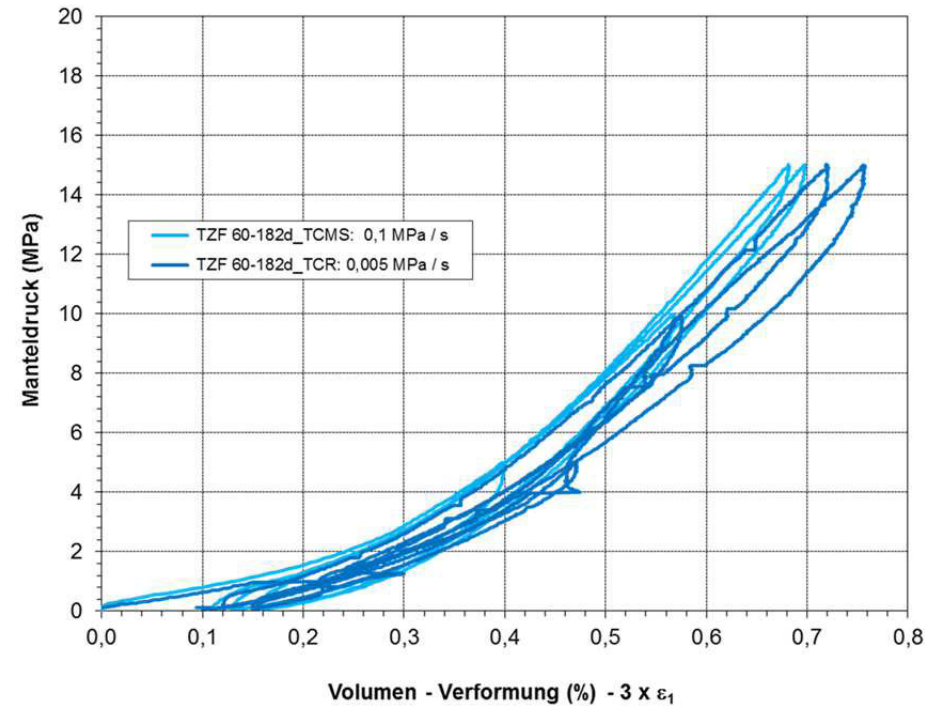
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



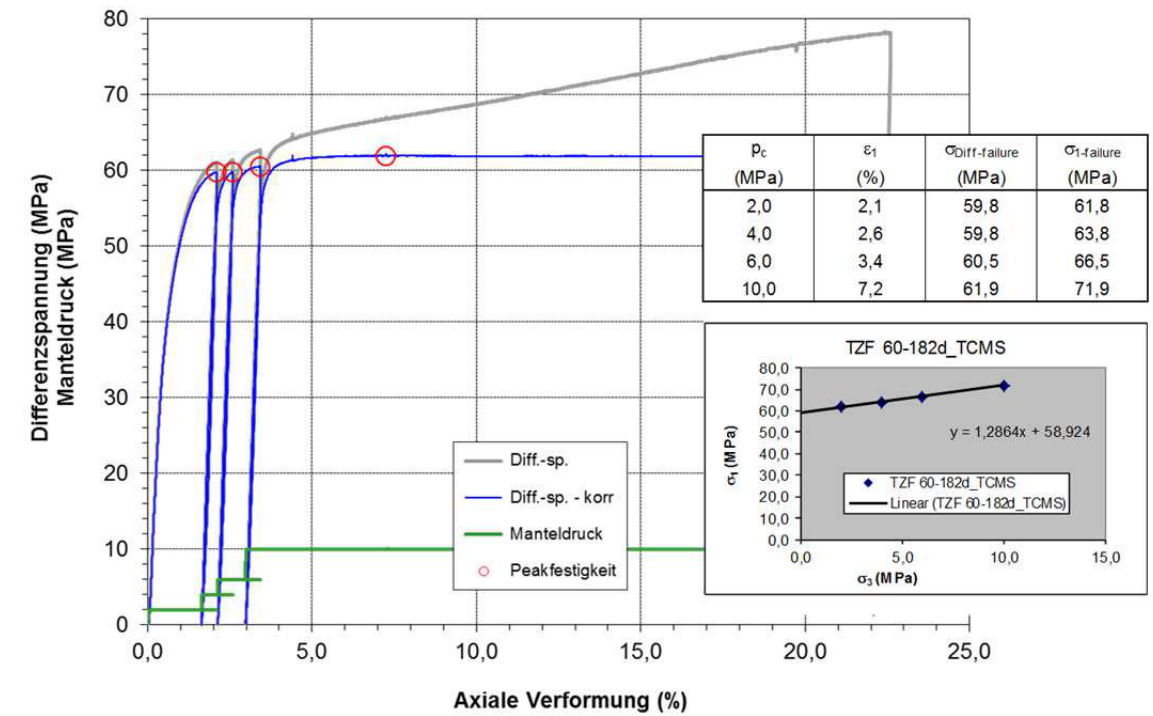
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 175 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 4.7: Probe TZF 60-182d

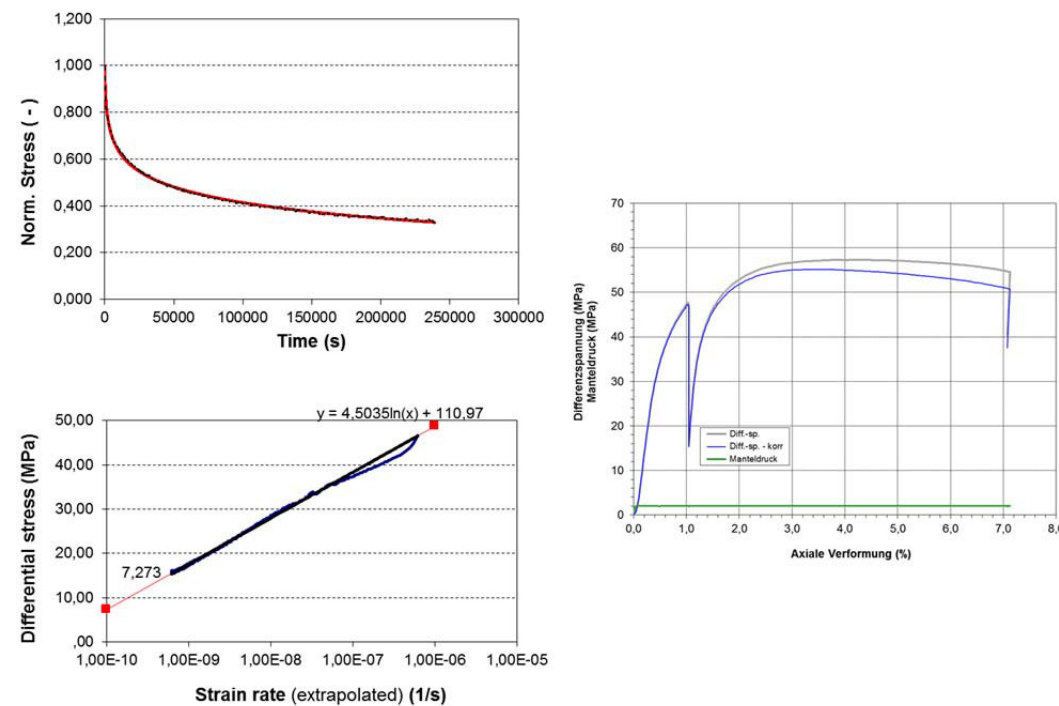
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



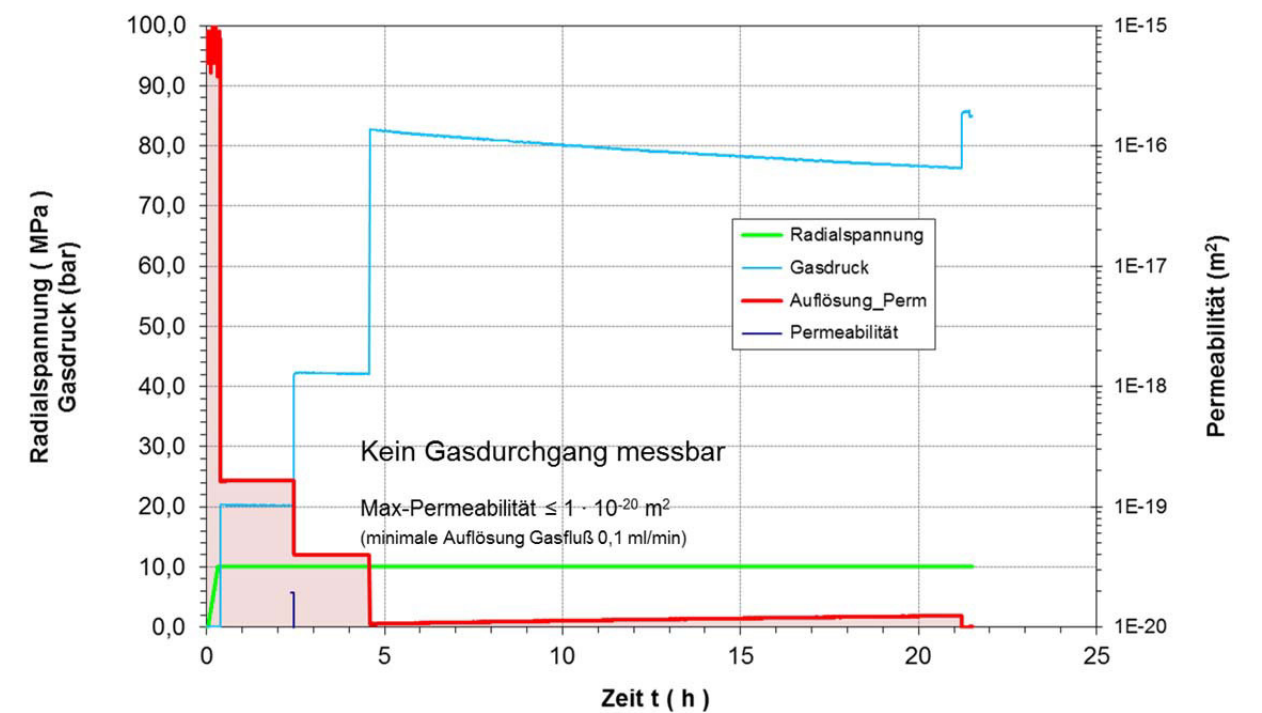
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



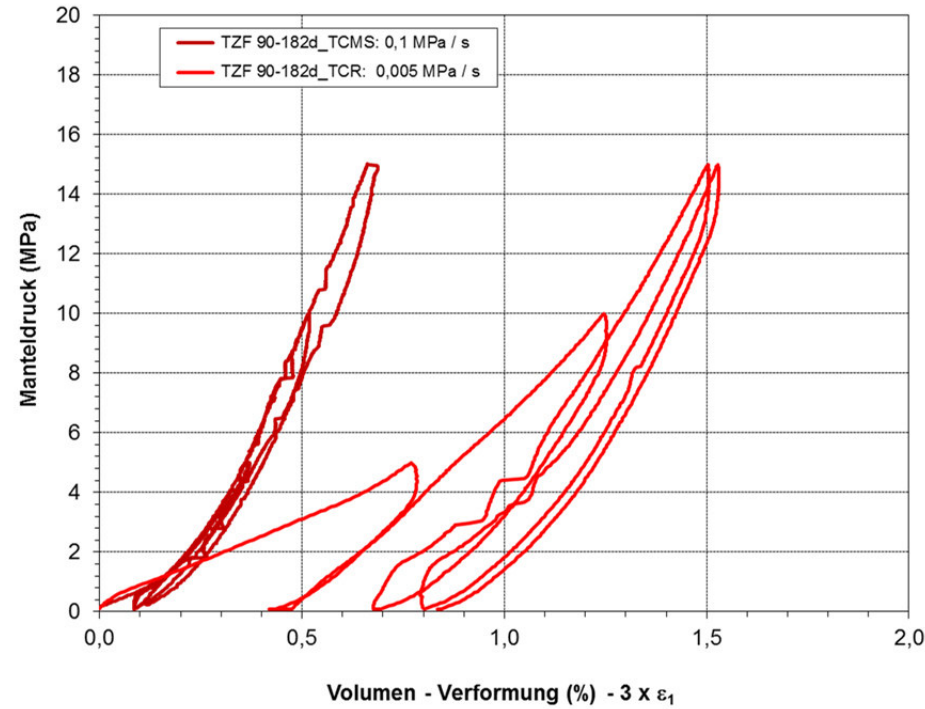
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



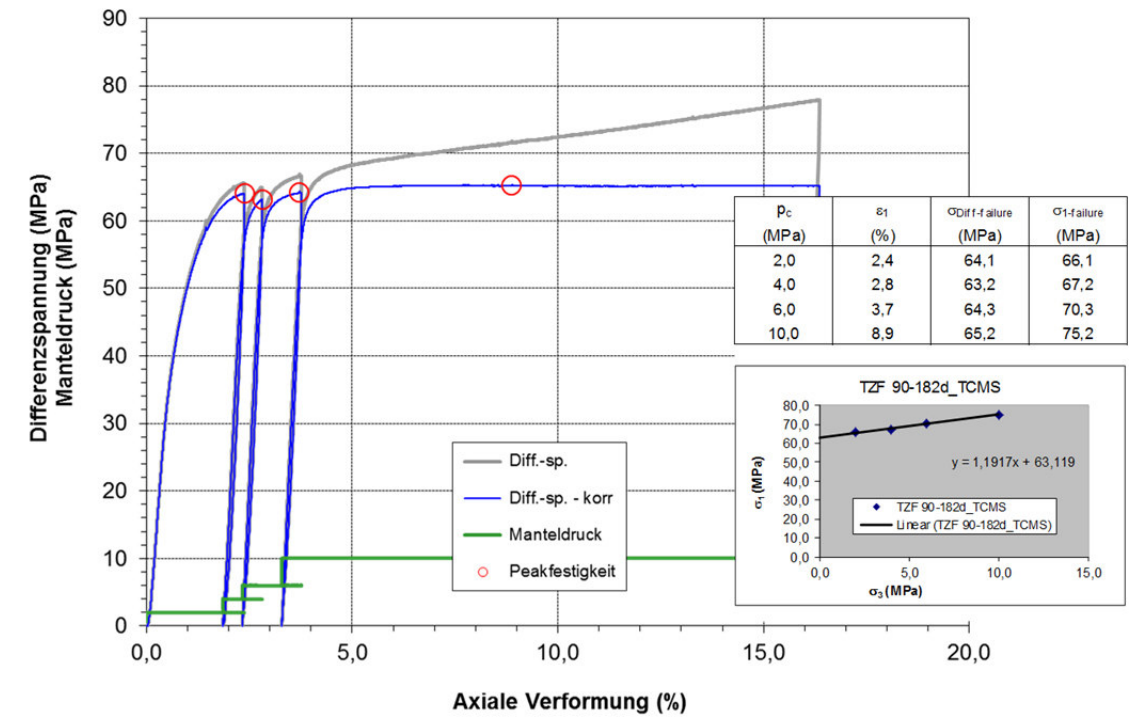
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 176 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 4.8: Probe TZF 90-182d

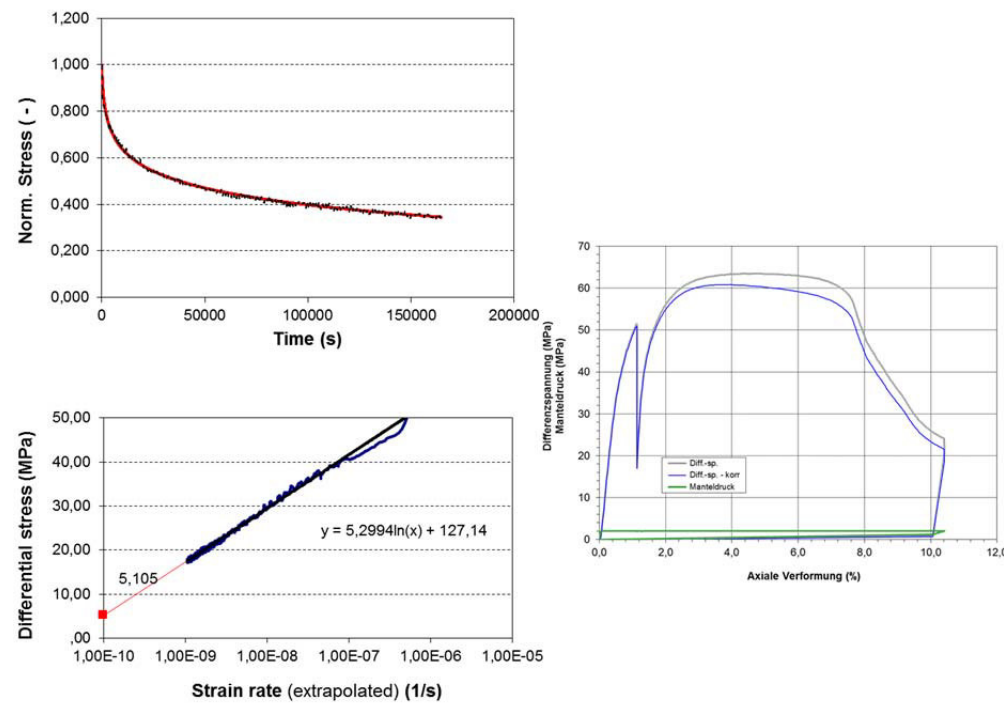
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



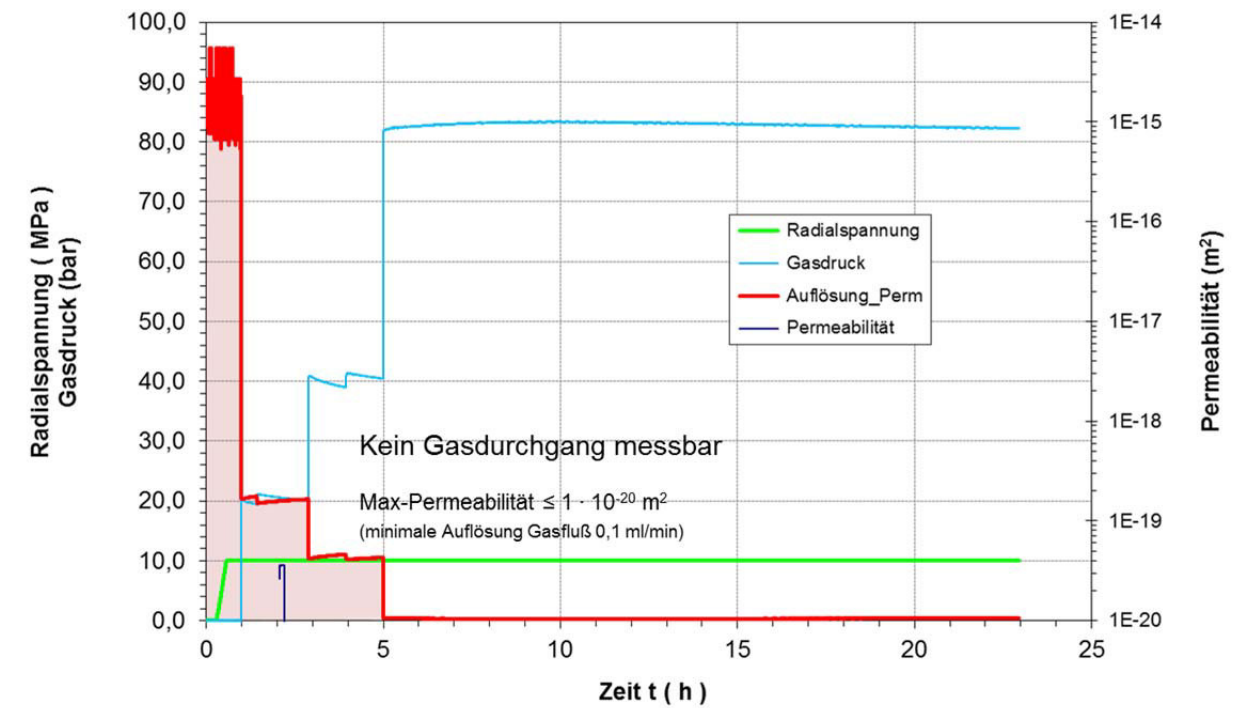
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



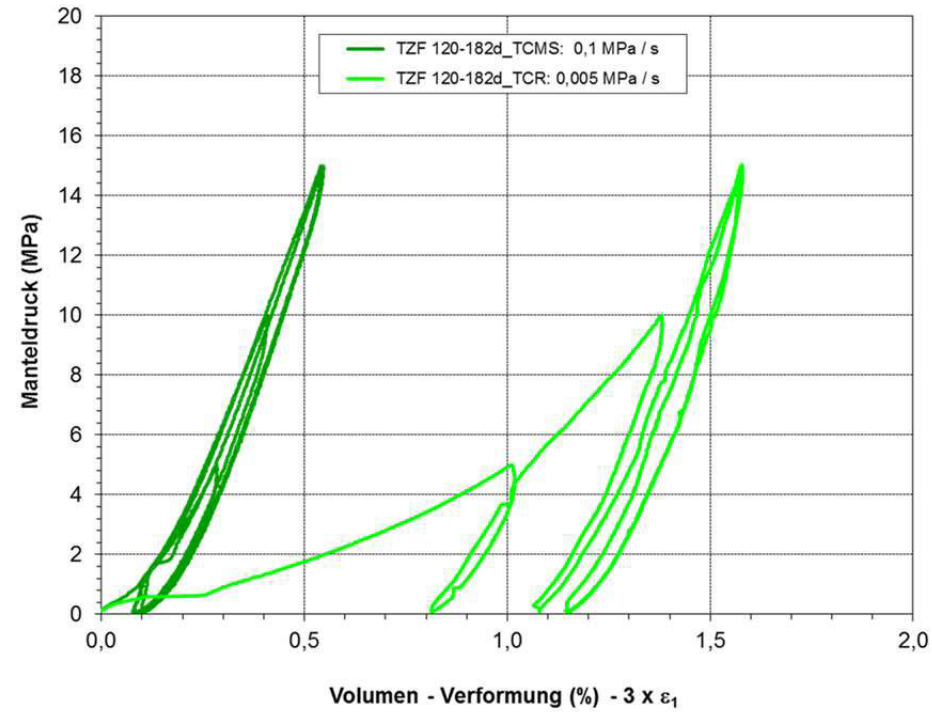
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



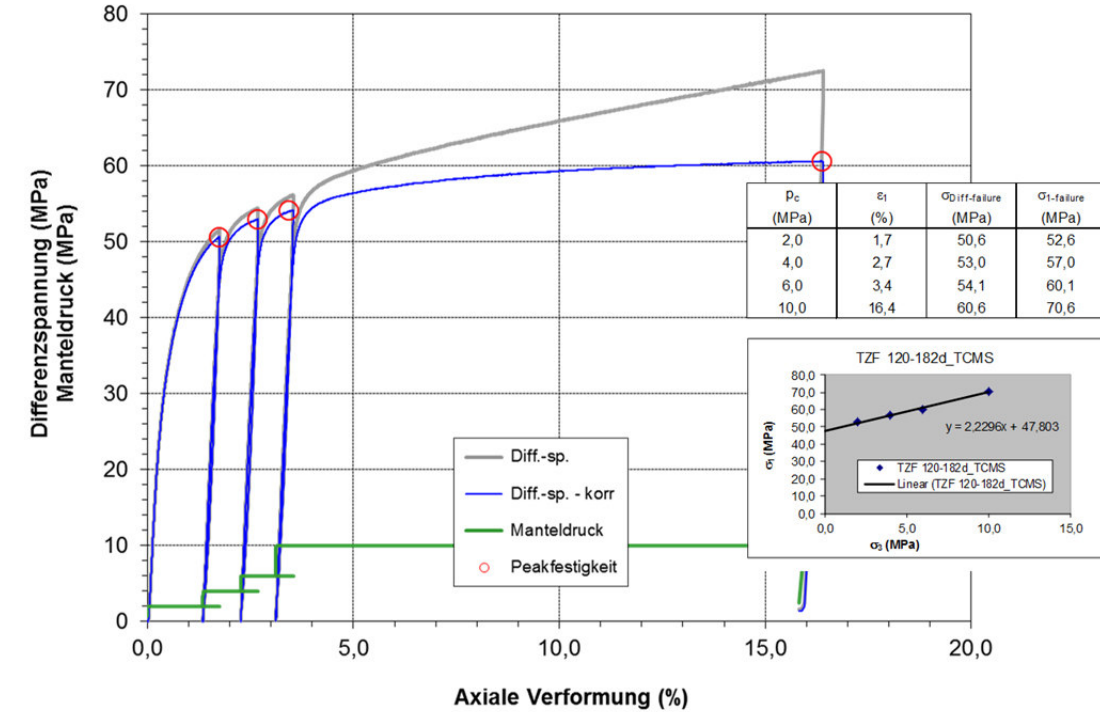
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 177 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.9: Probe TZF 120-182d

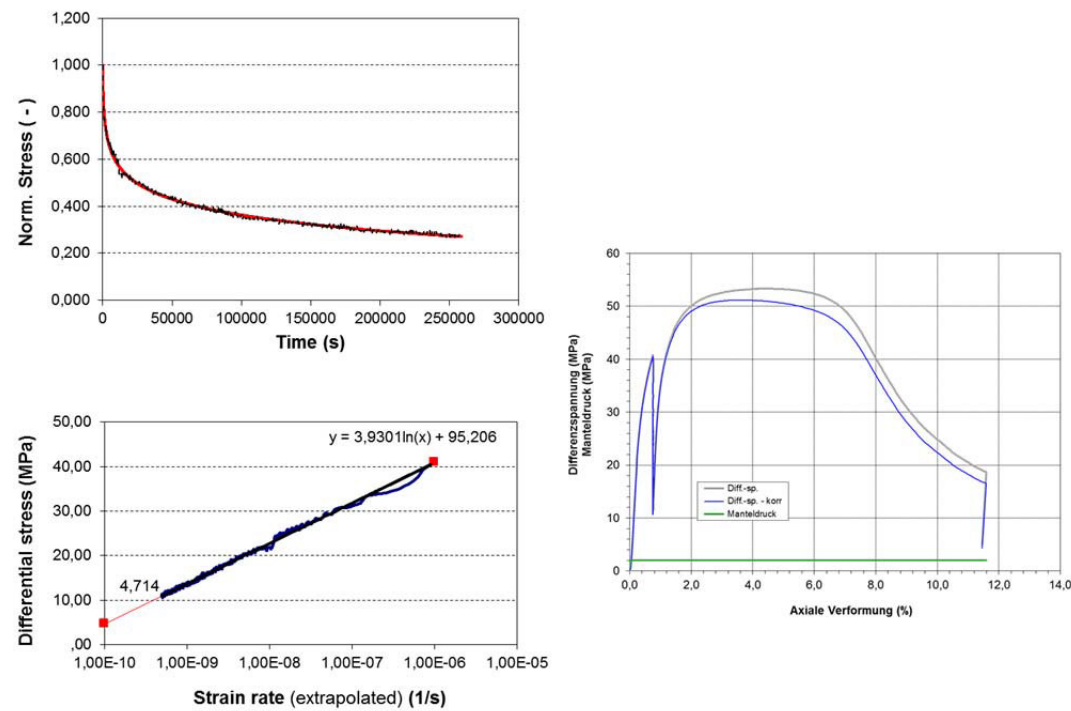
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



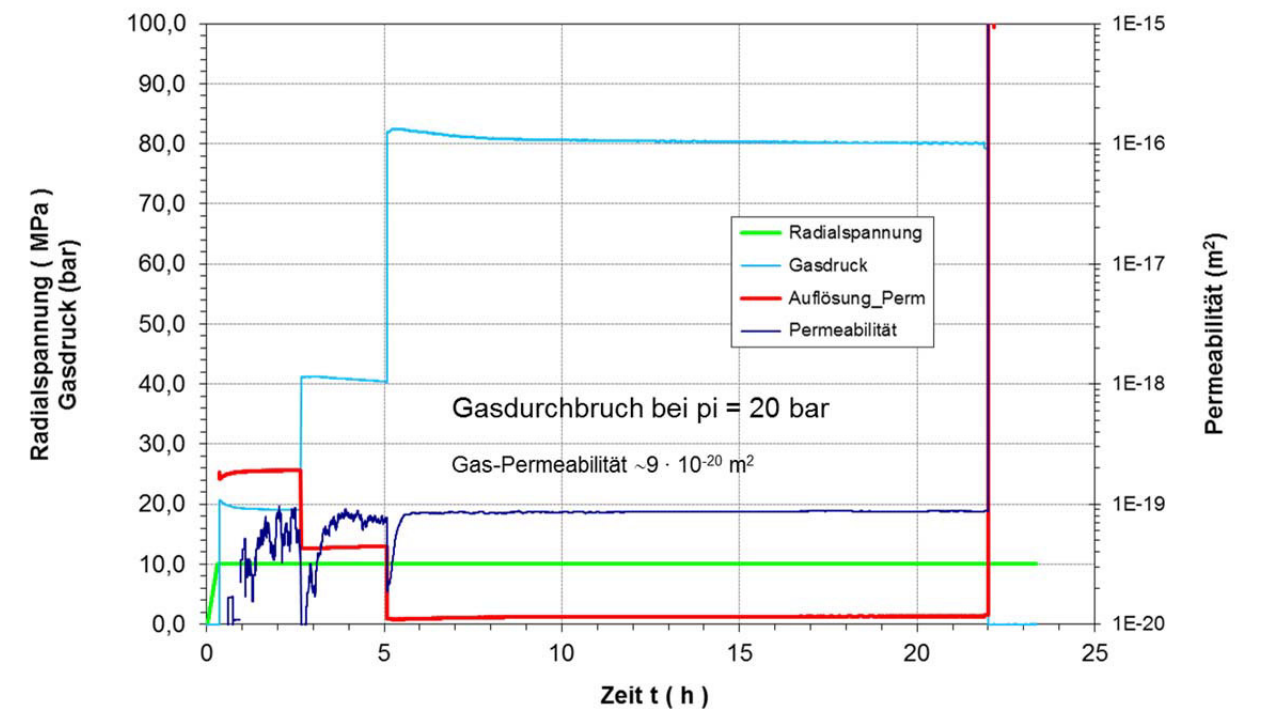
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



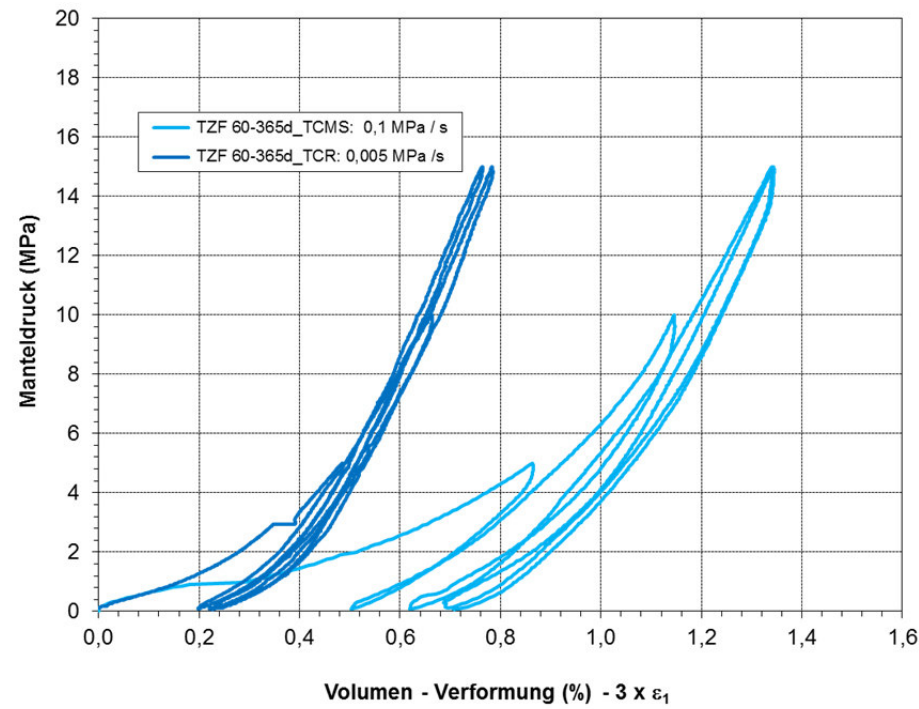
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



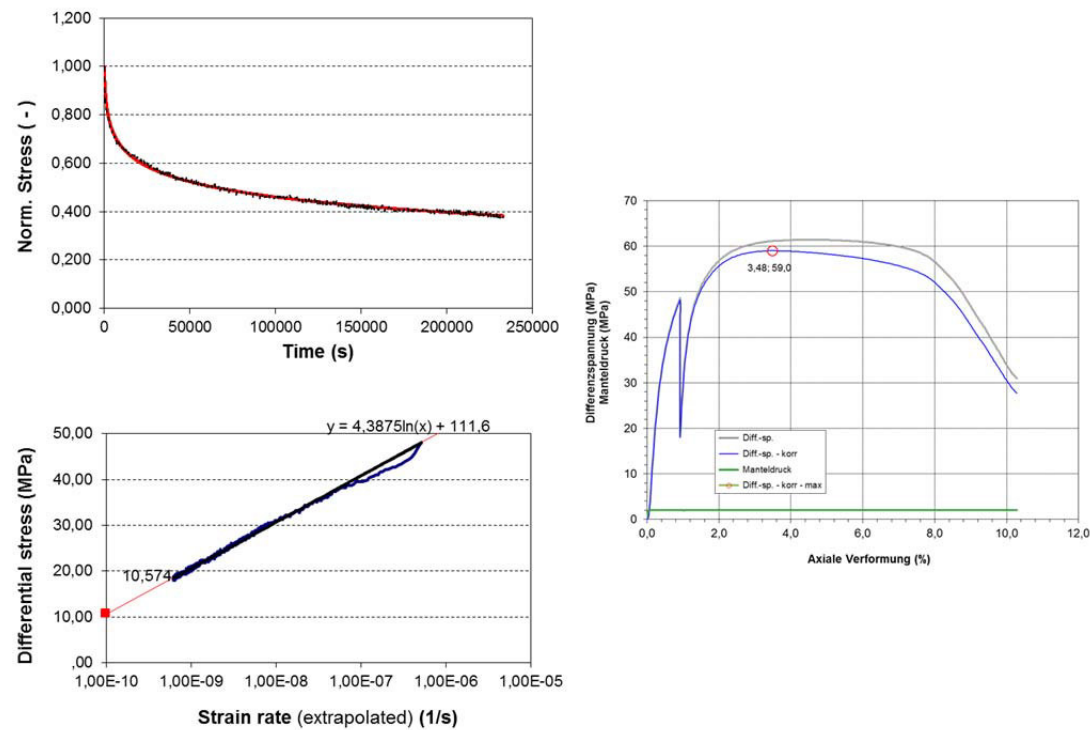
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 178 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 4.10: Probe TZF 60-365d

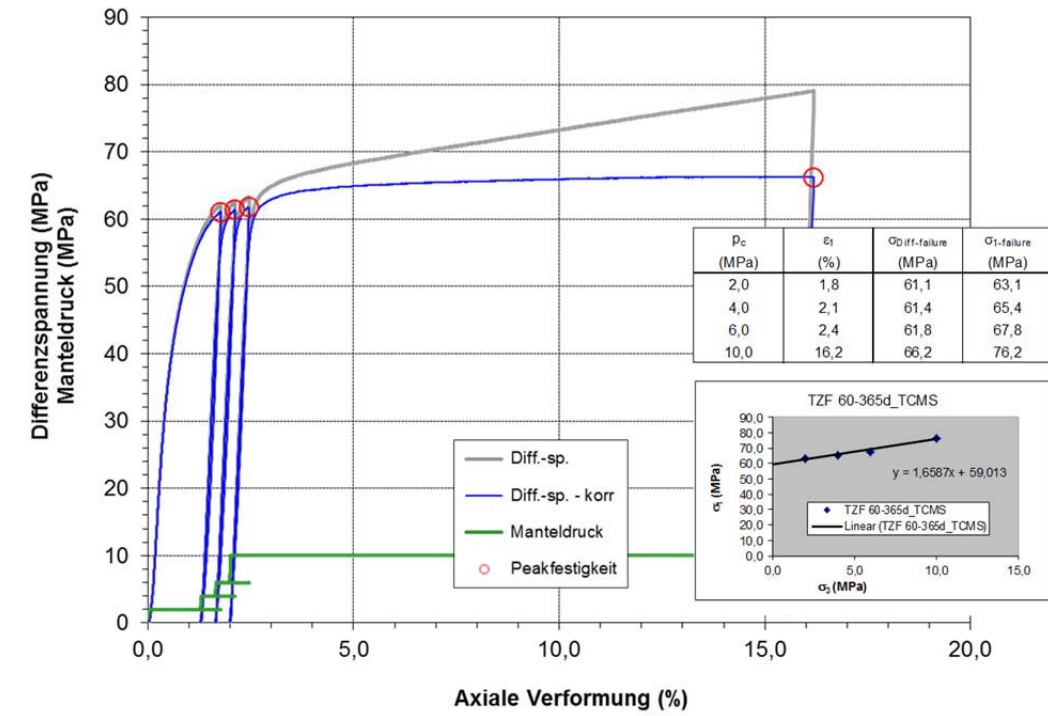
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



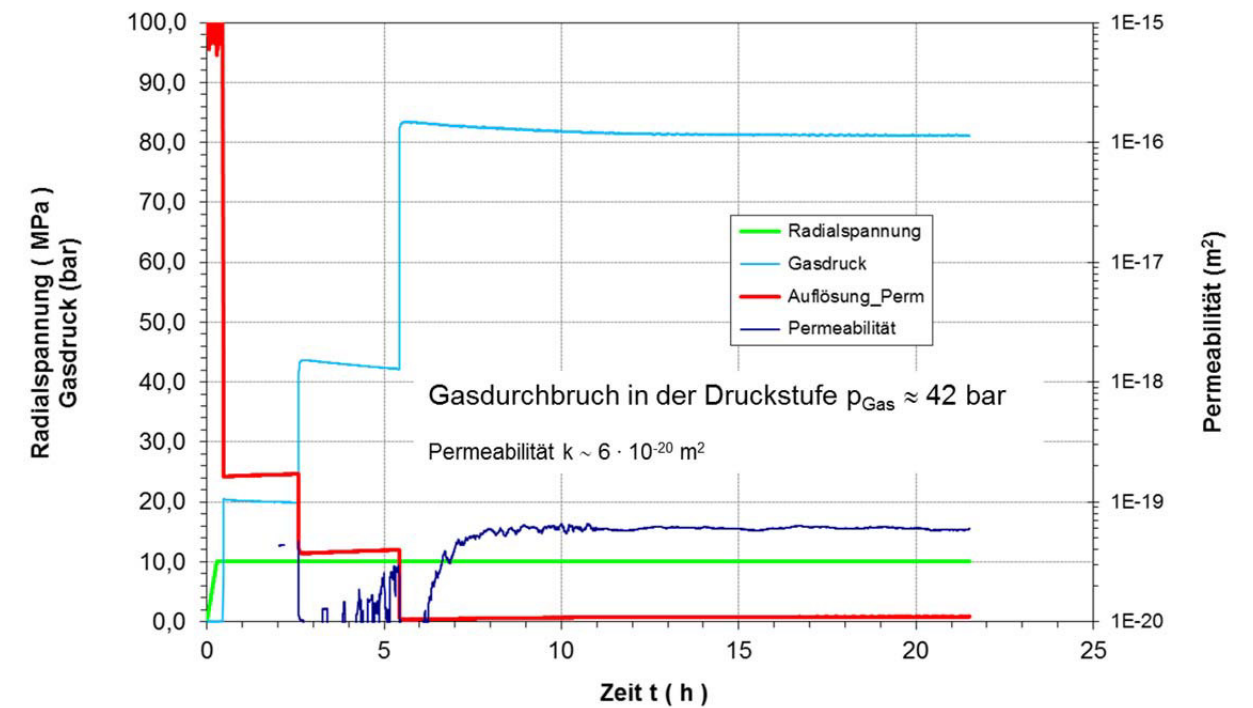
Relaxationsversuch



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



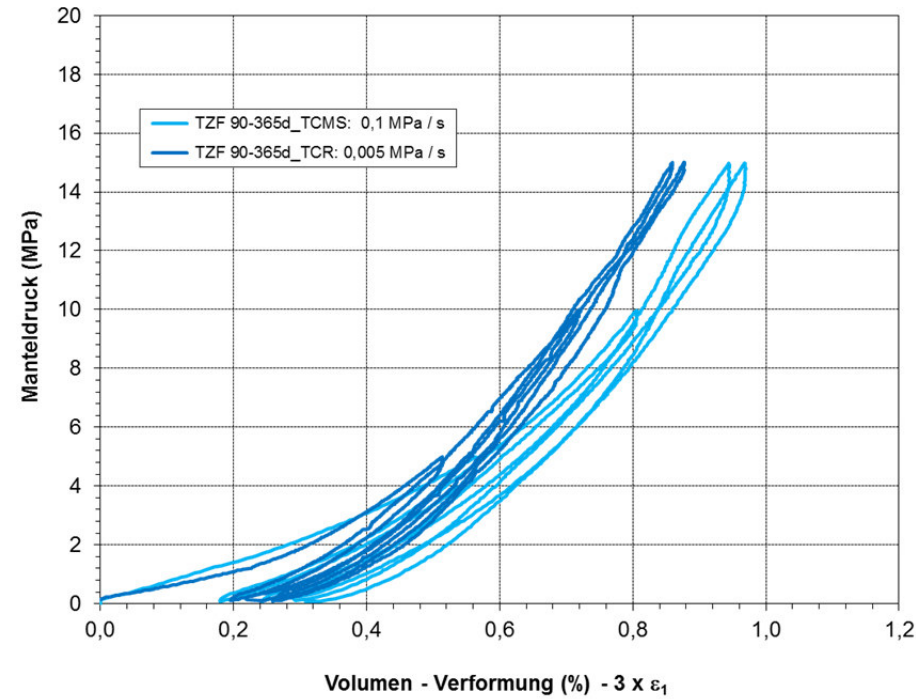
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



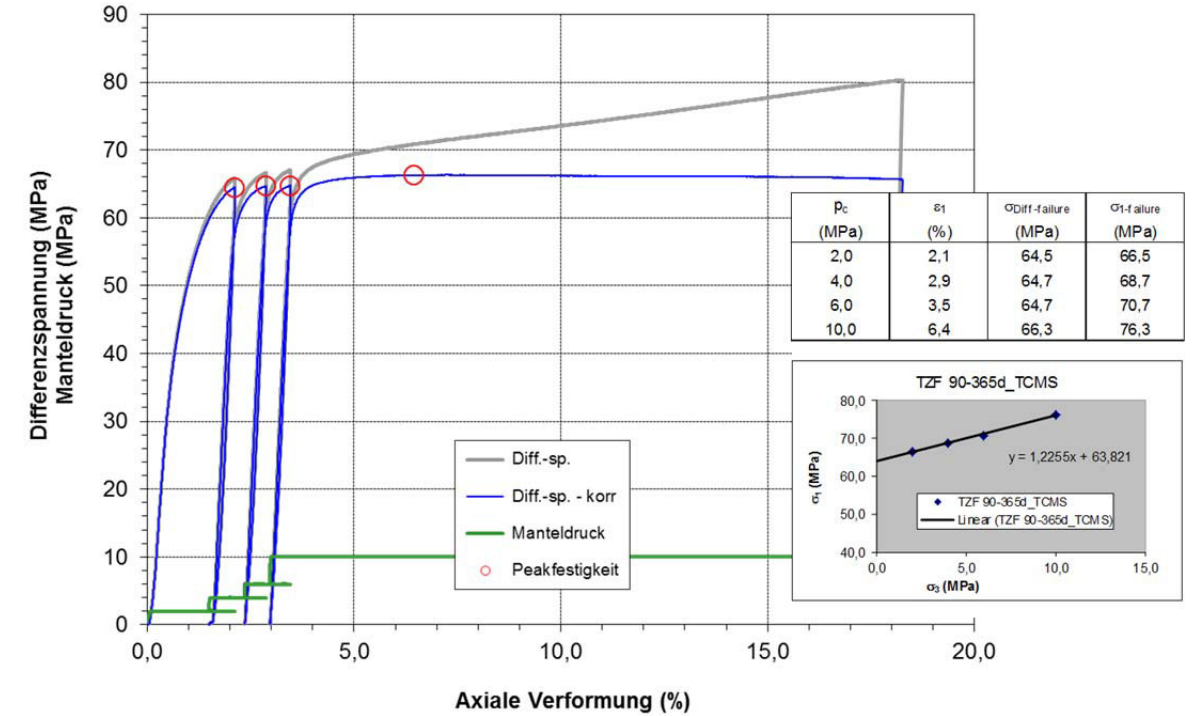
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 179 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.11: Probe TZF 90-365d

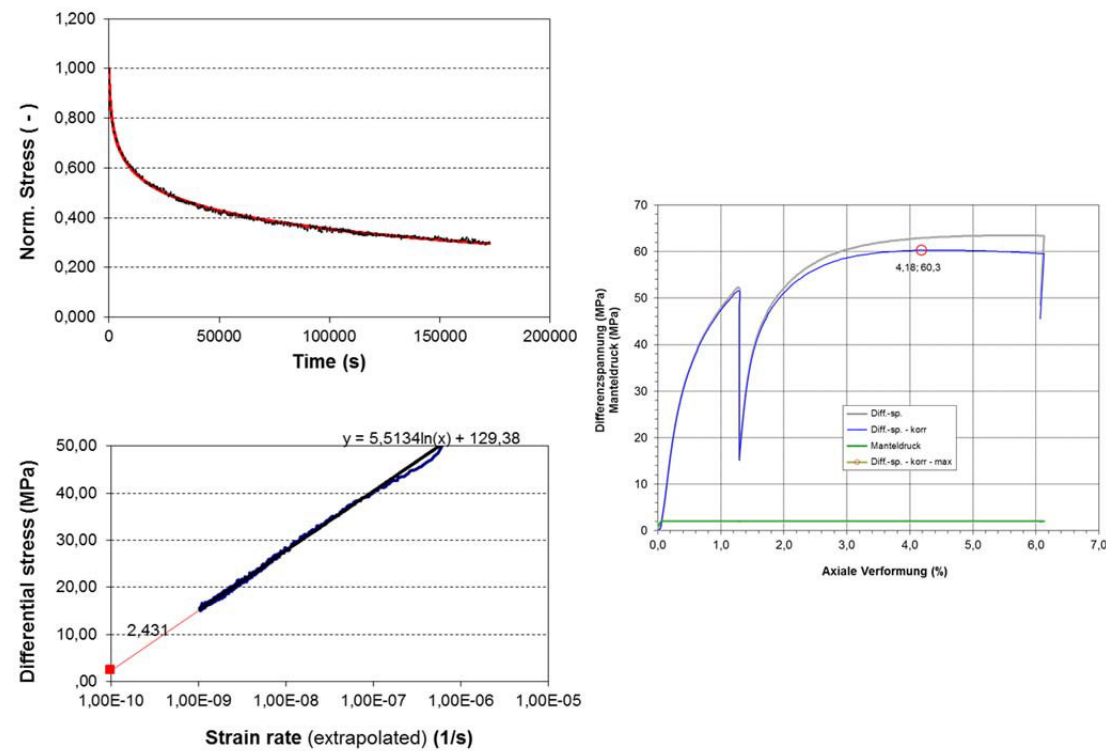
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



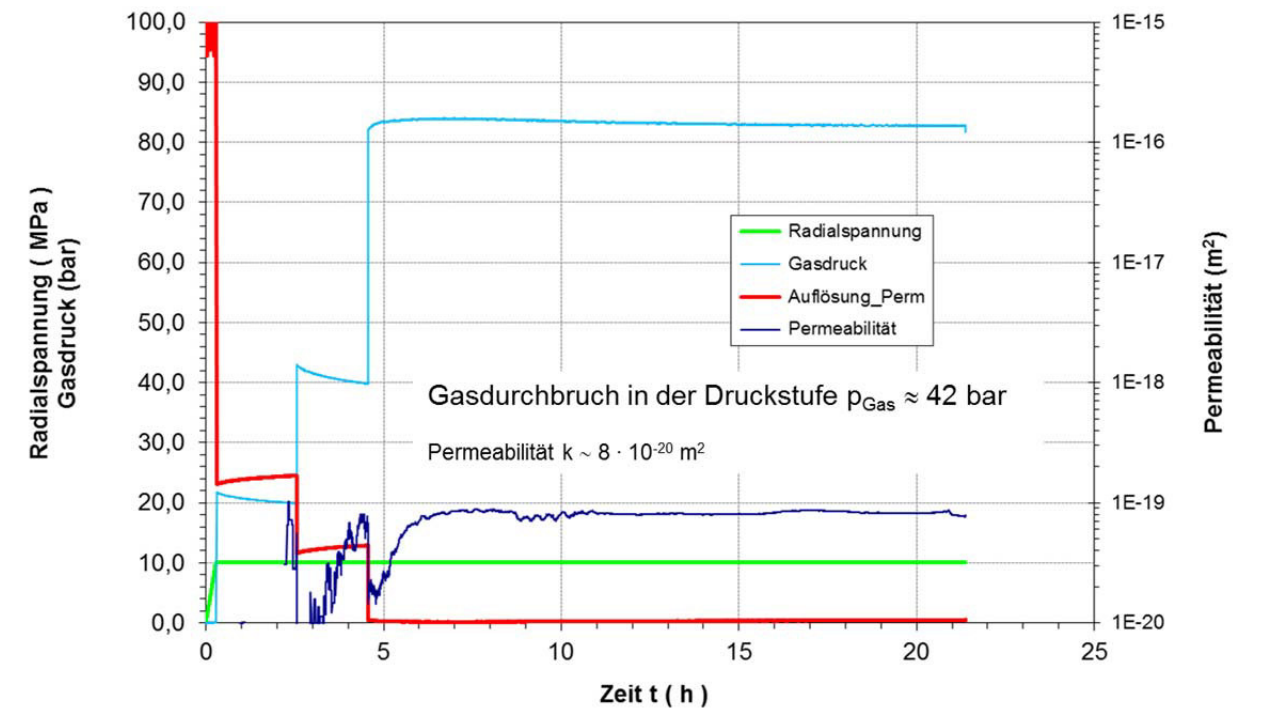
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



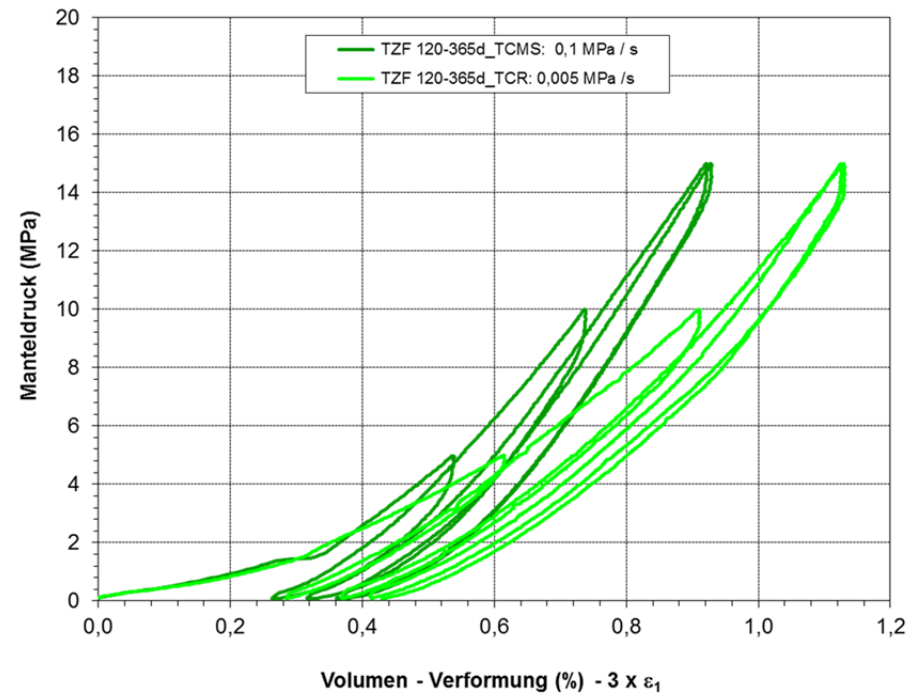
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



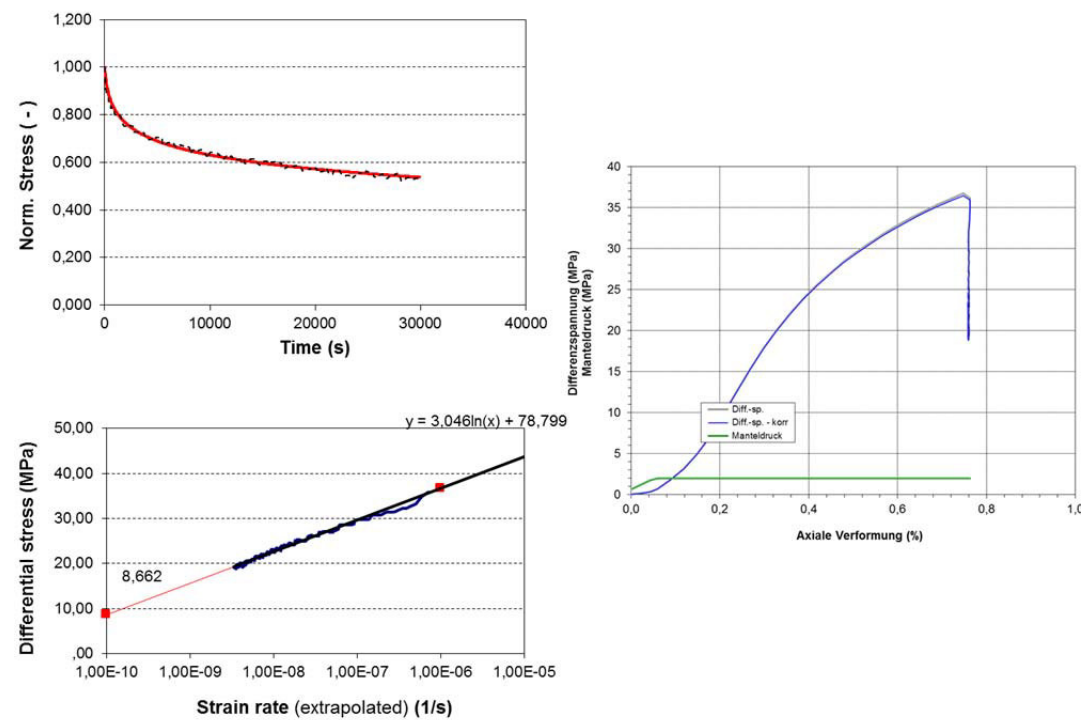
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 180 von 224 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.12: Probe TZF 120-365d

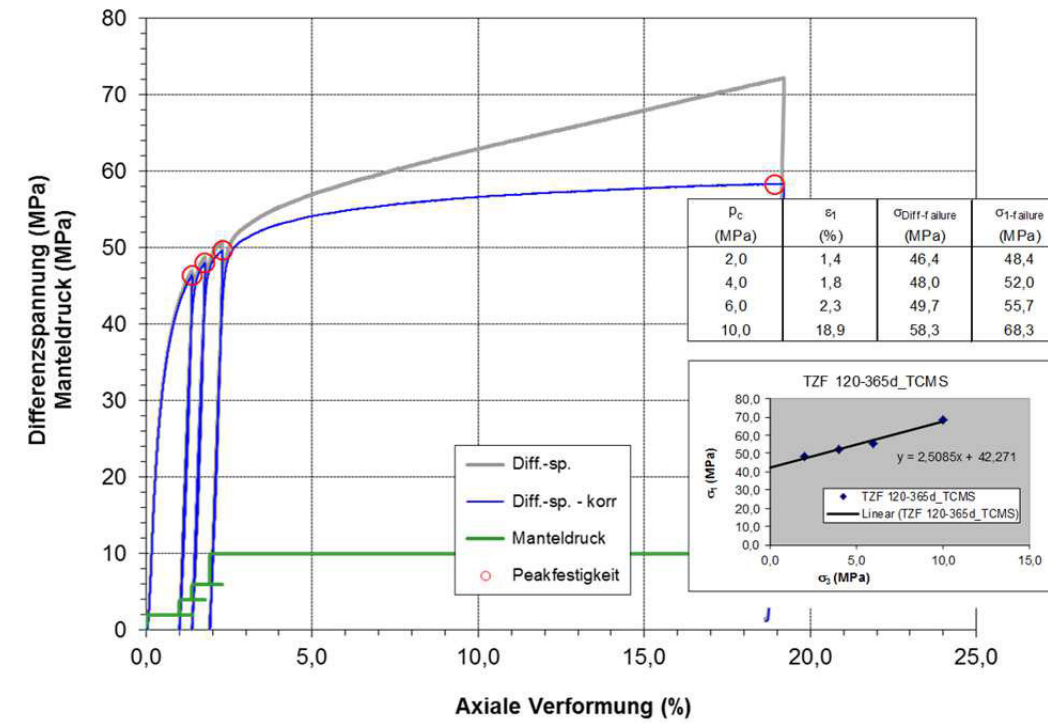
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



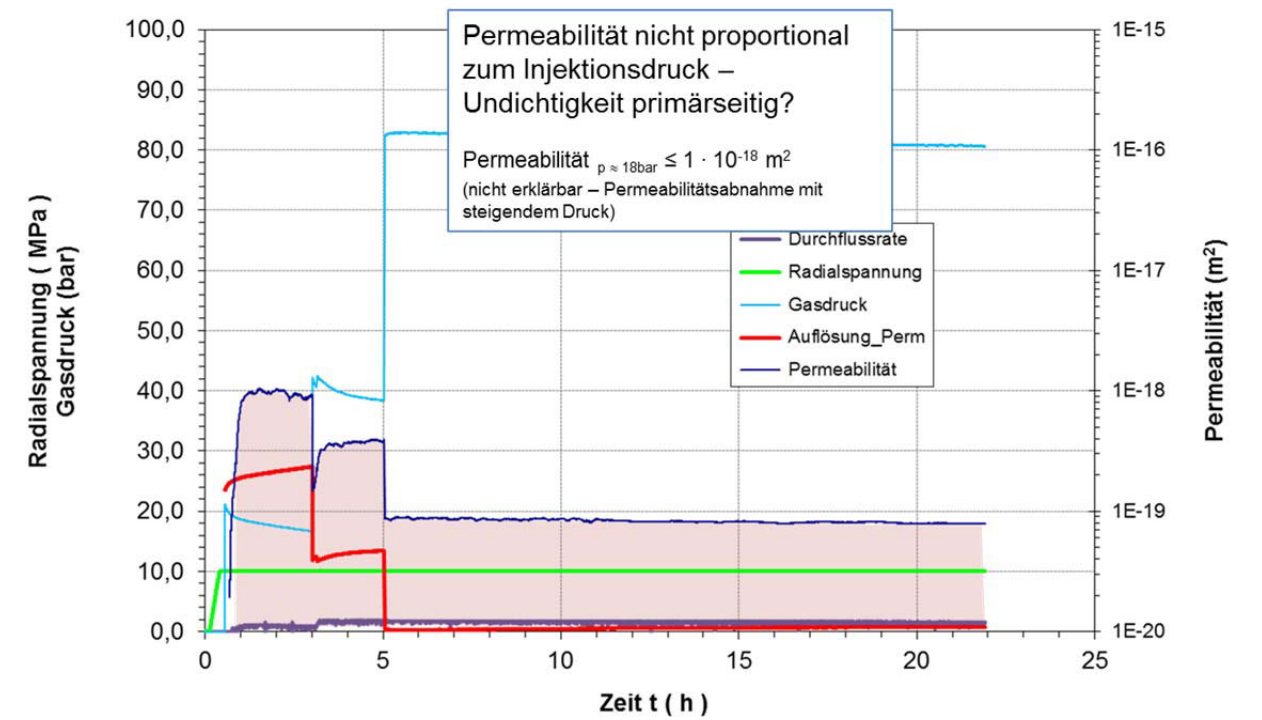
Relaxationsversuch



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

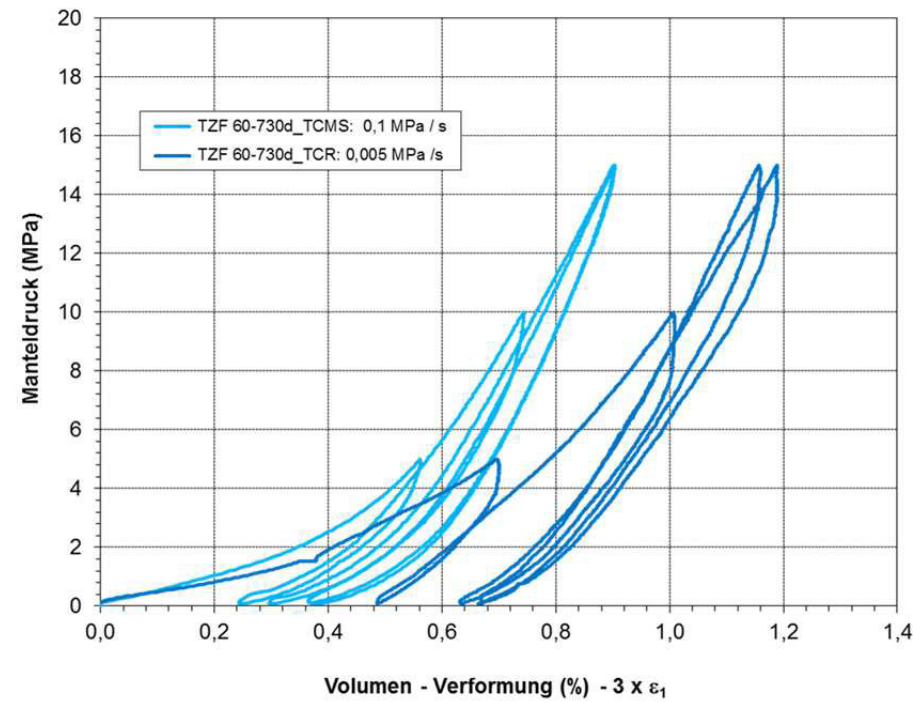




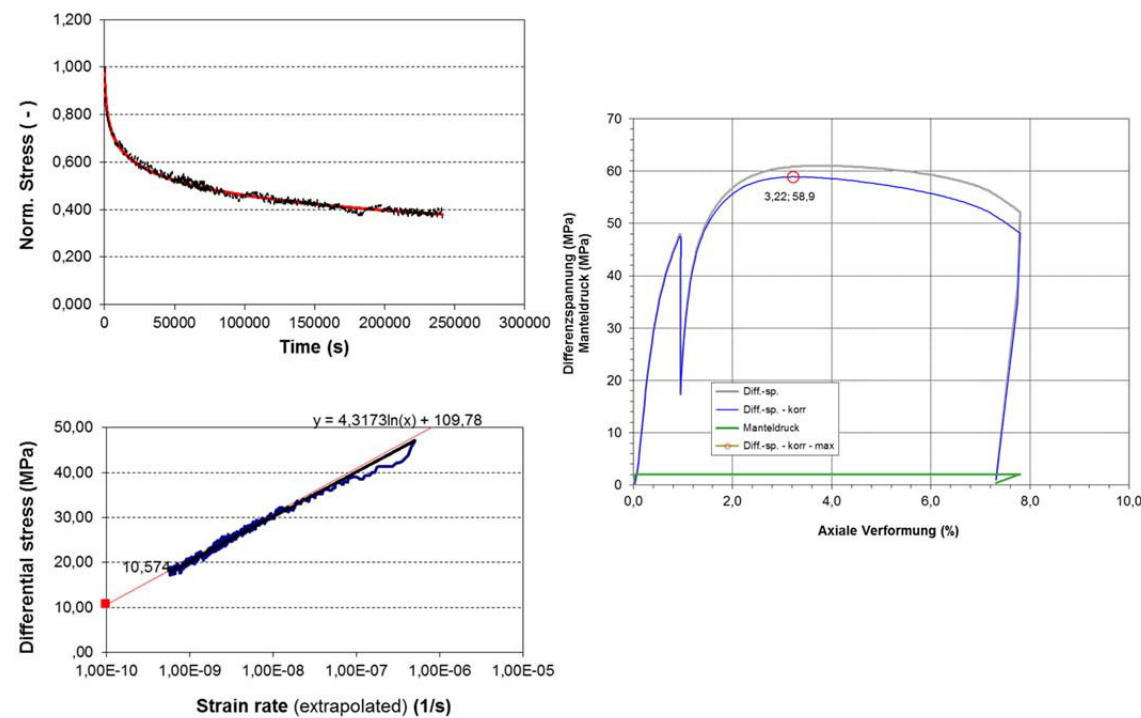
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 181 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.13: Probe TZF 60-730d

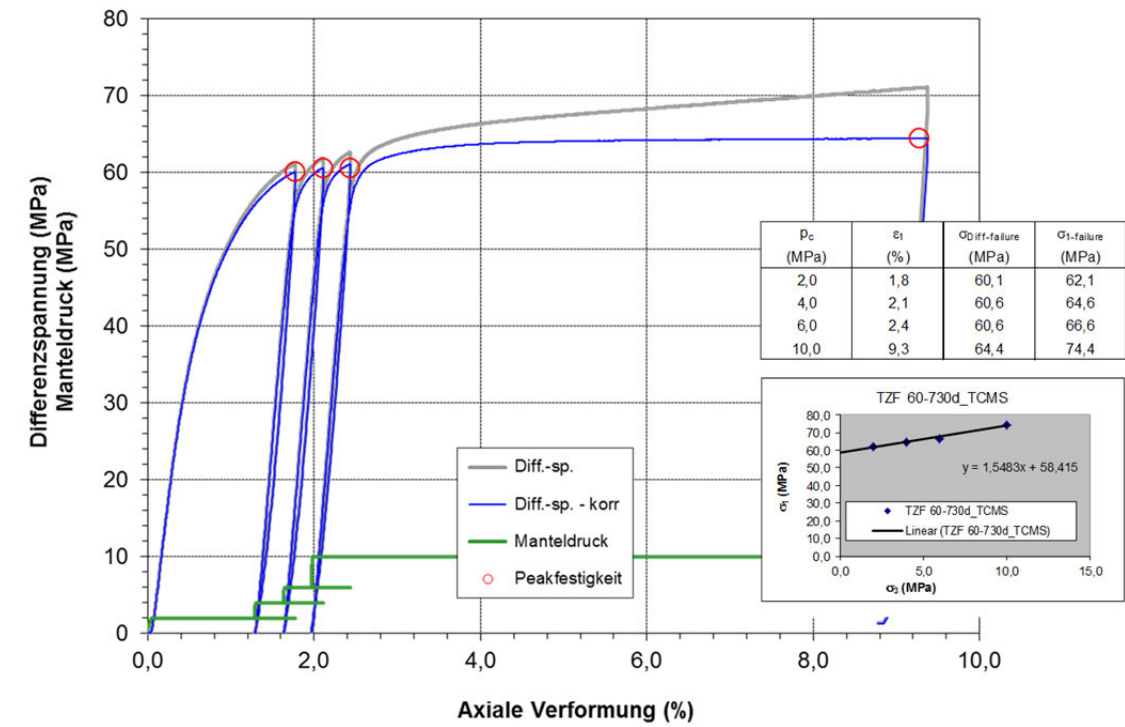
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



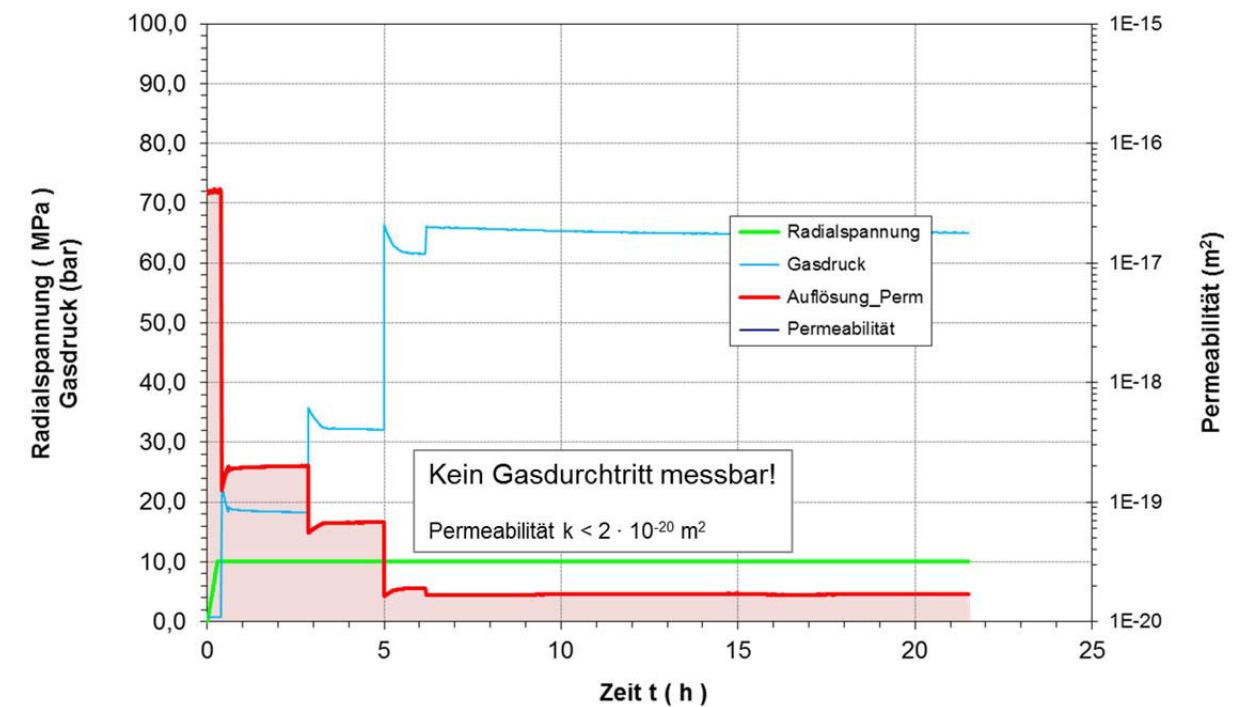
Relaxationsversuch



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



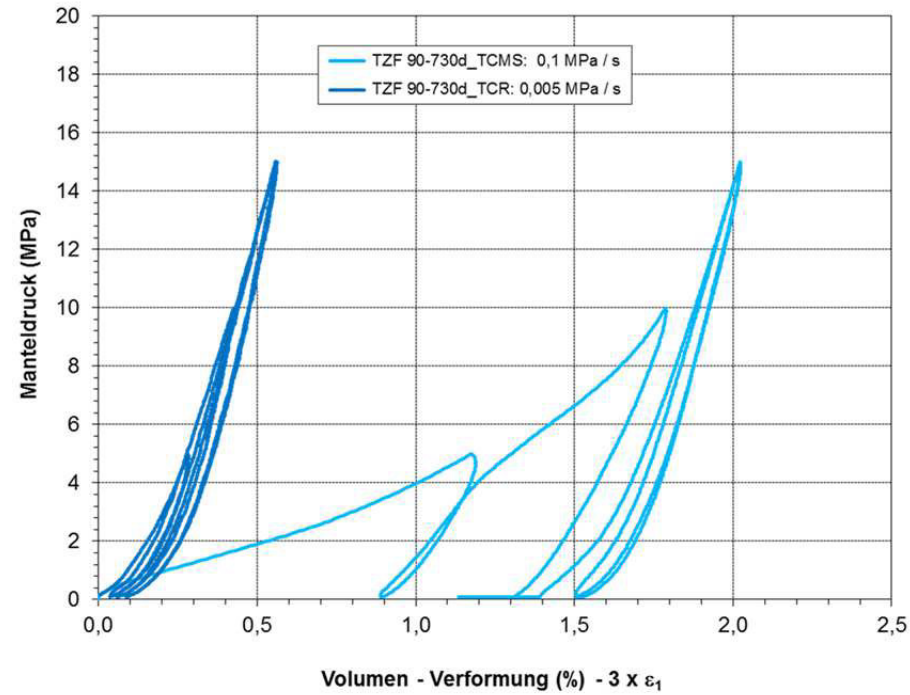
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



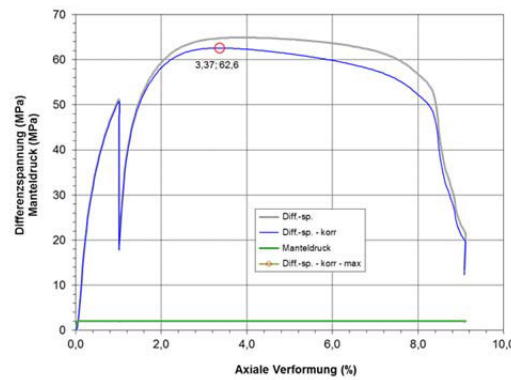
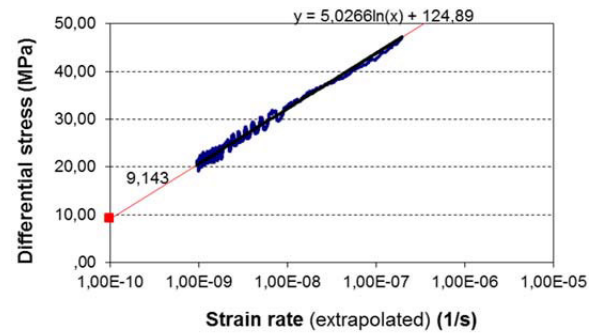
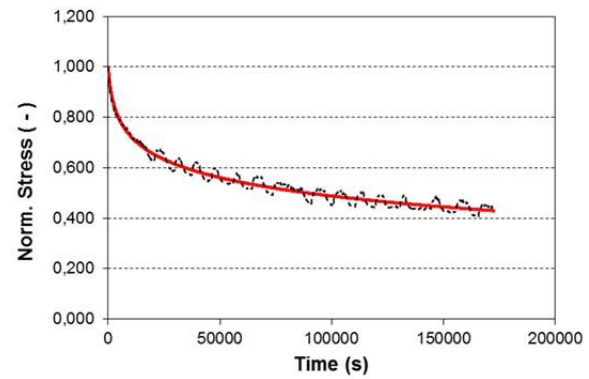
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 182 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.14: Probe TZF 90-730d

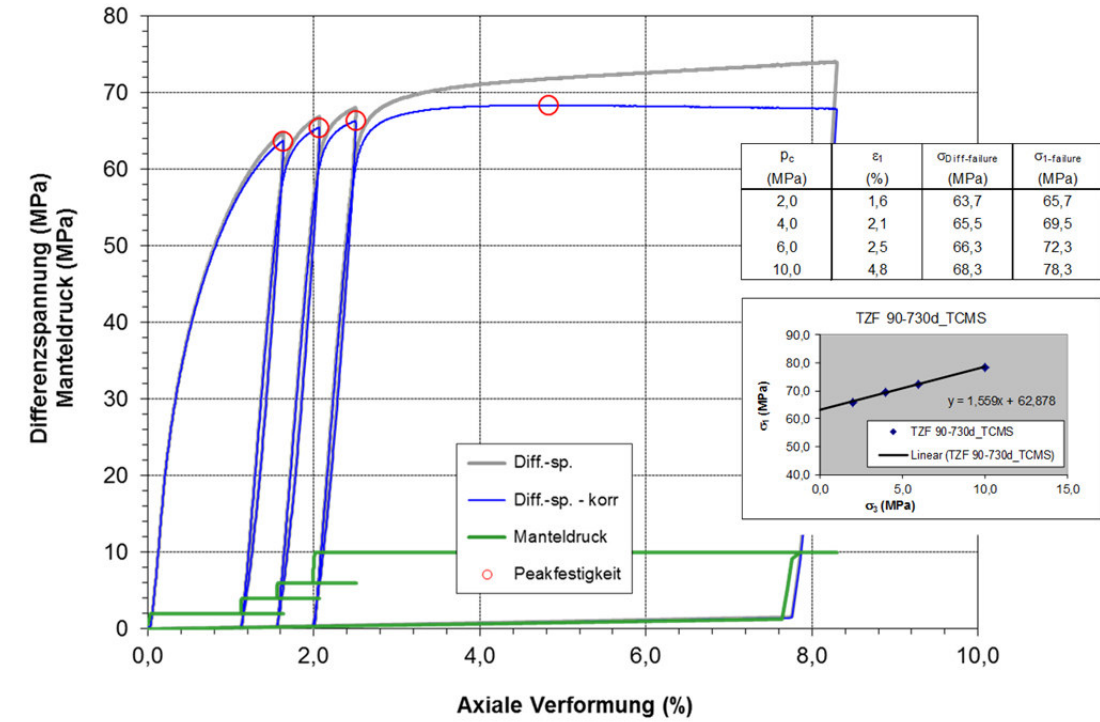
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



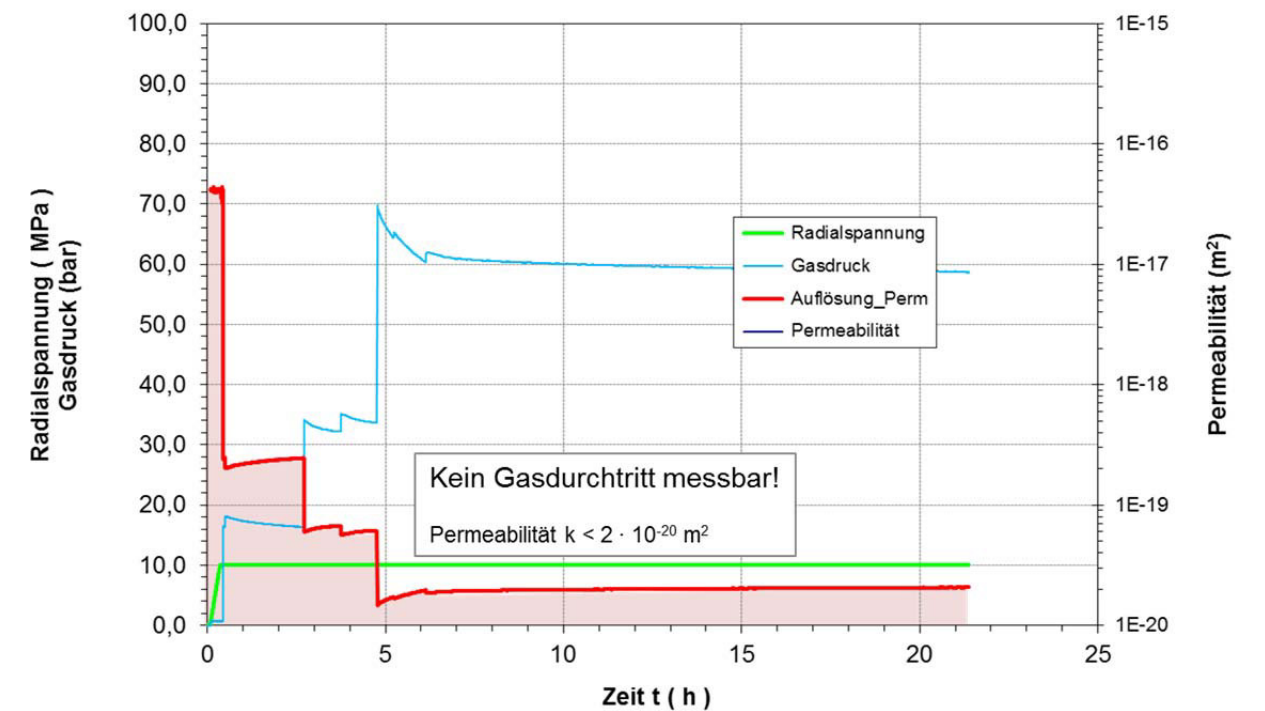
Relaxationsversuch



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung (σ₃ = 10 MPa)

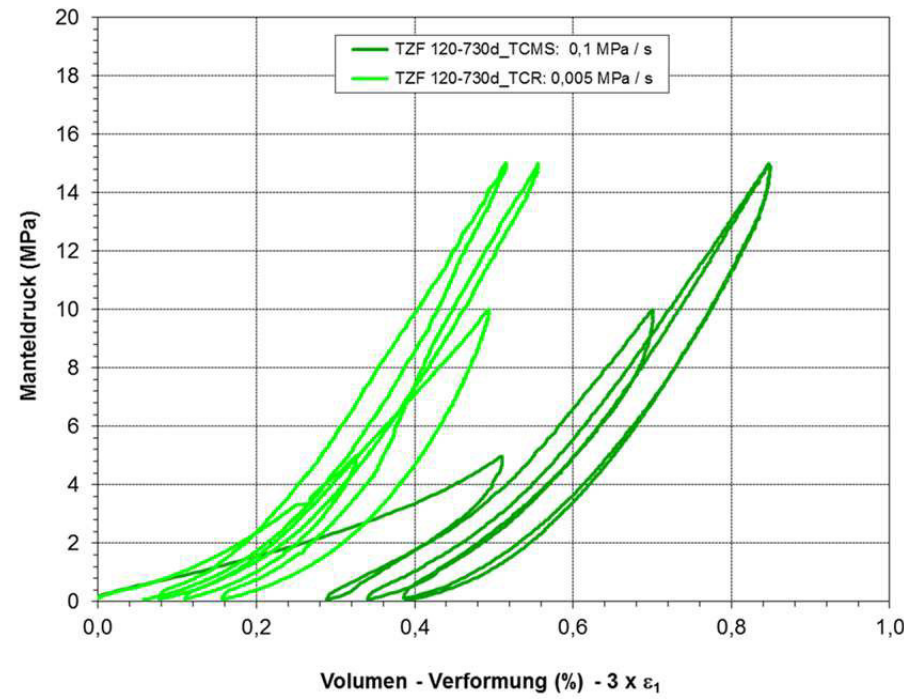




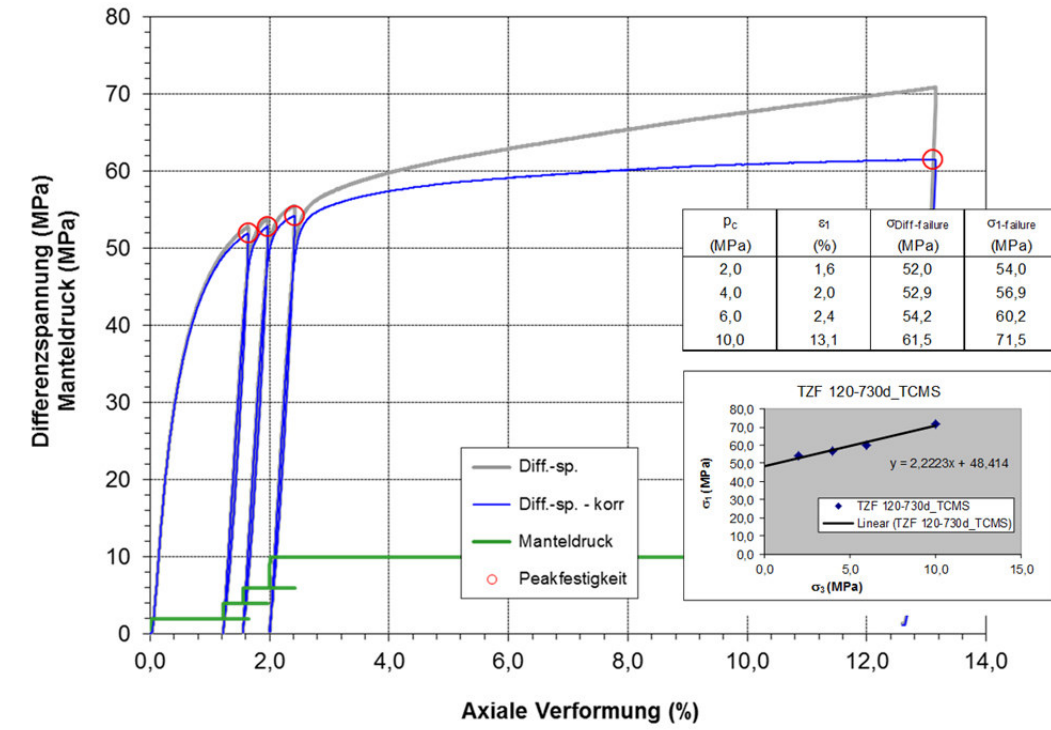
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 183 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 4.15: Probe TZF 120-730d

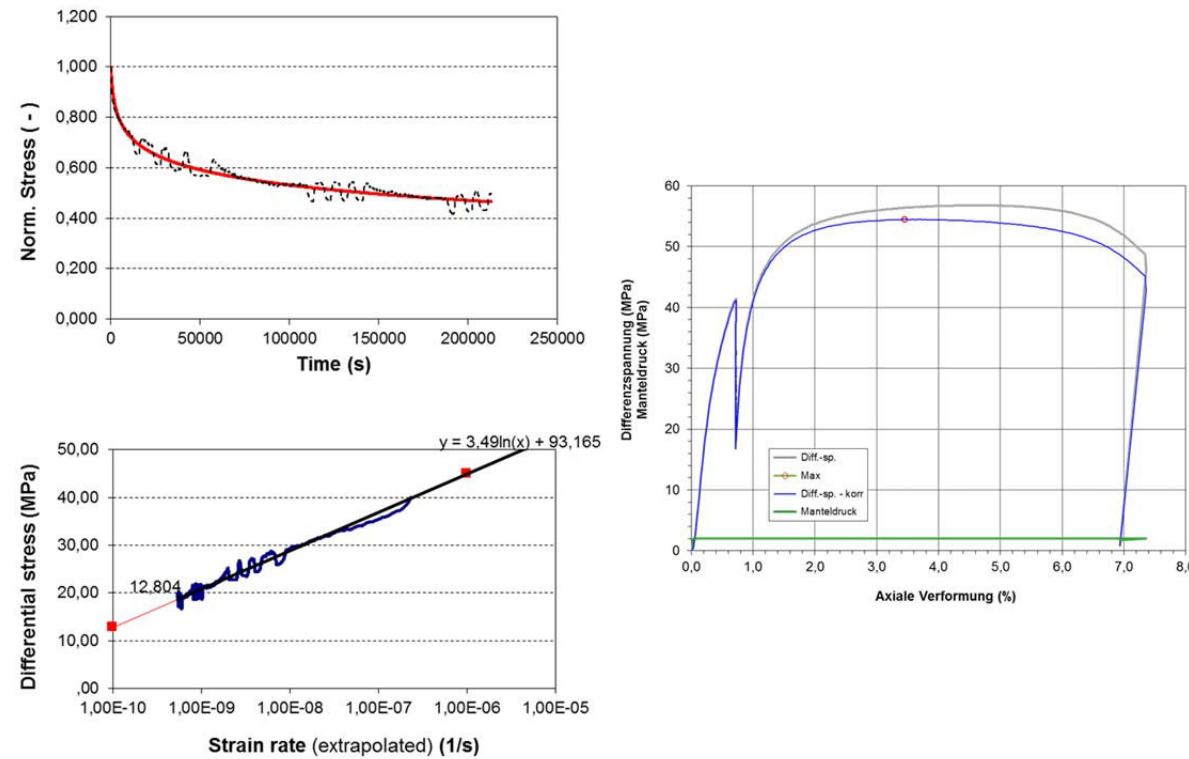
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



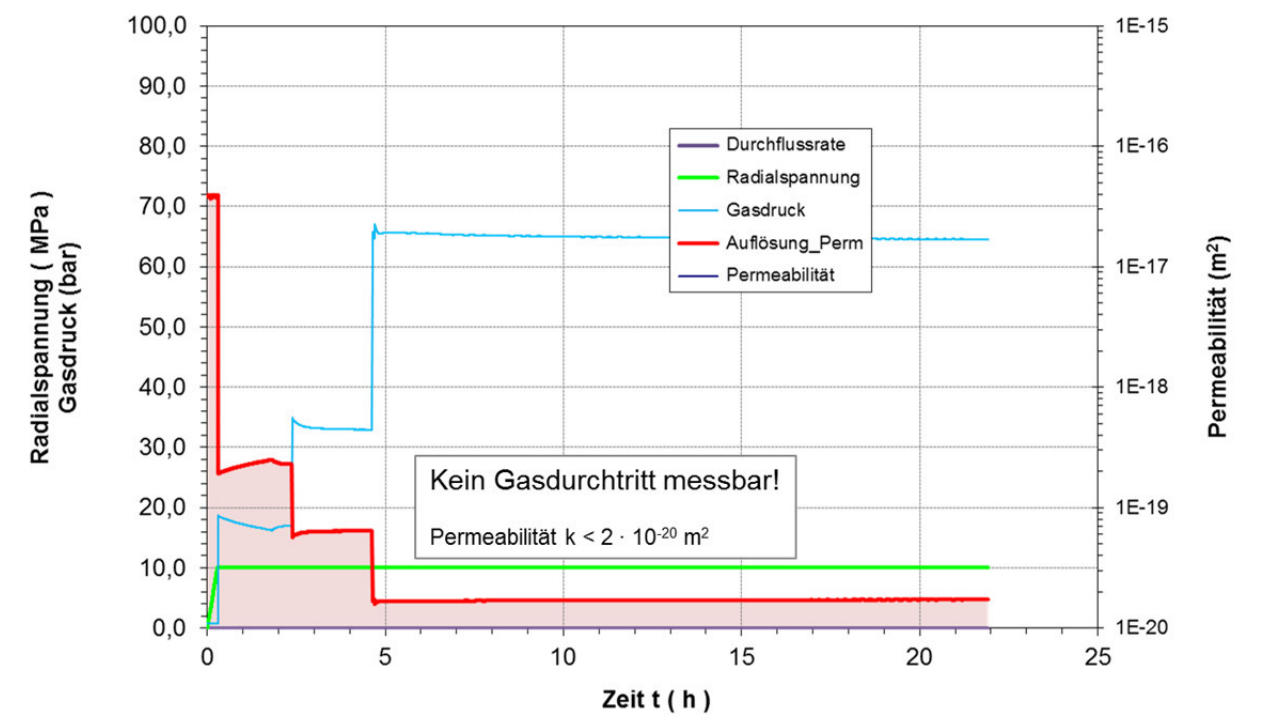
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



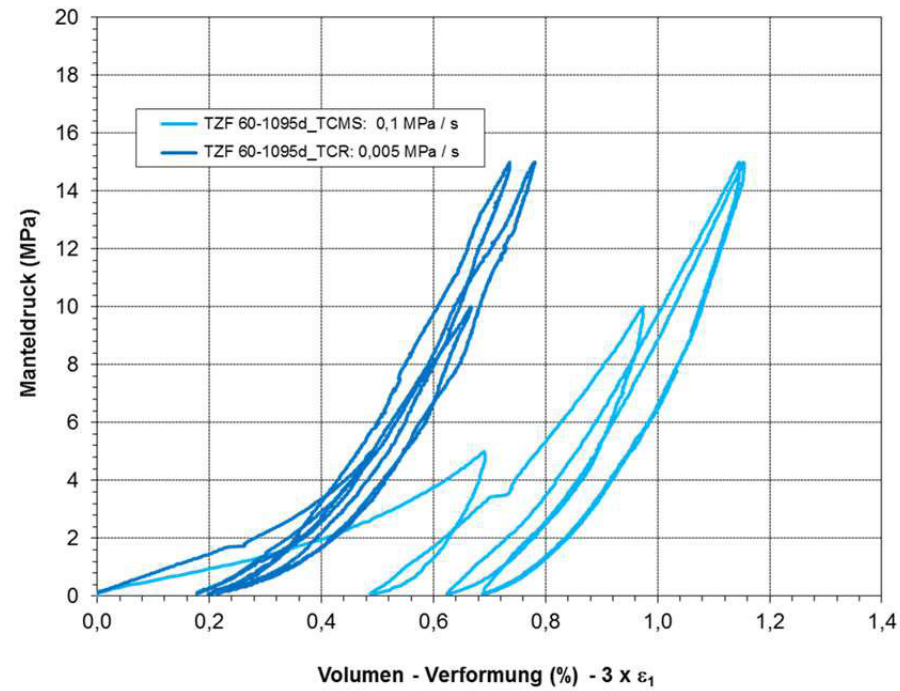
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



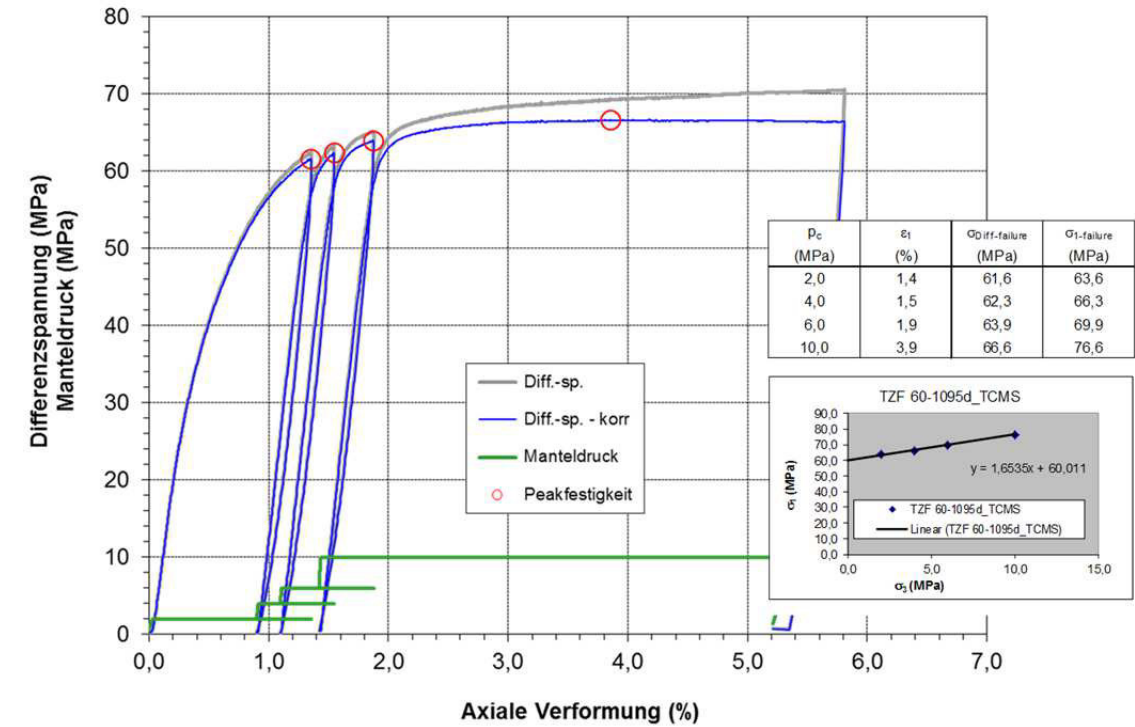
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 184 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.16: Probe TZF 60-1095d

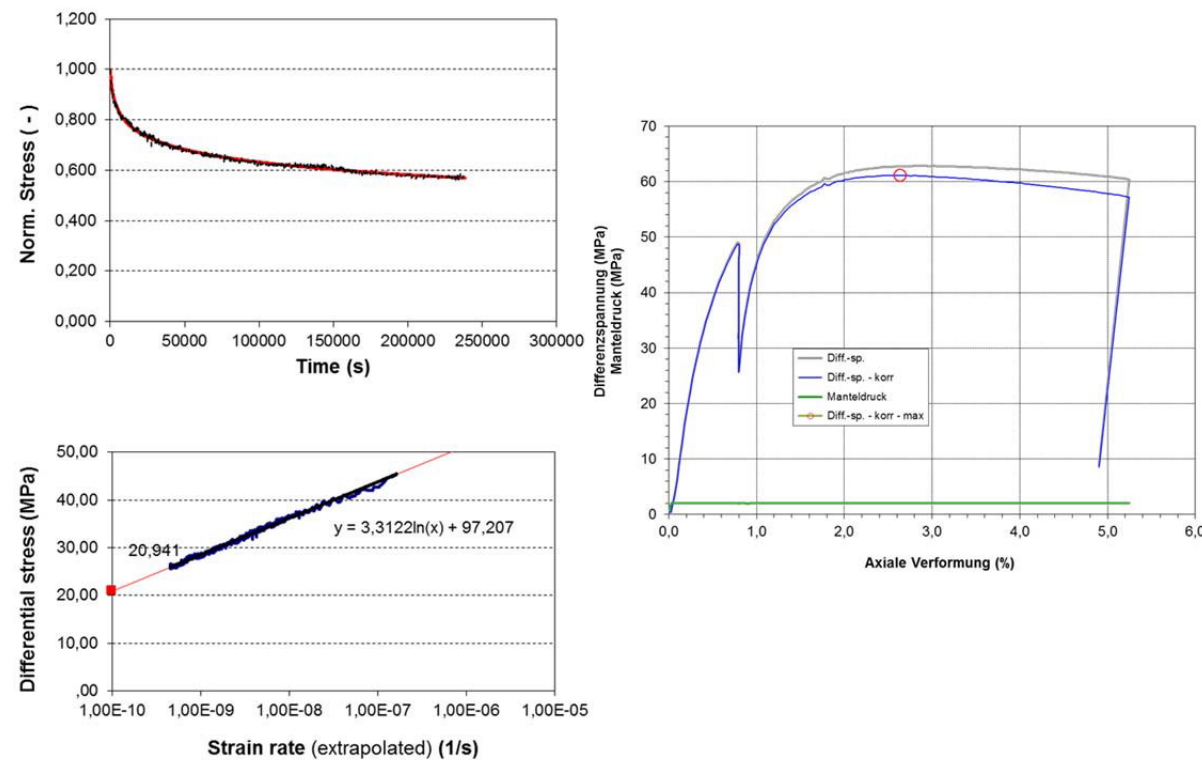
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



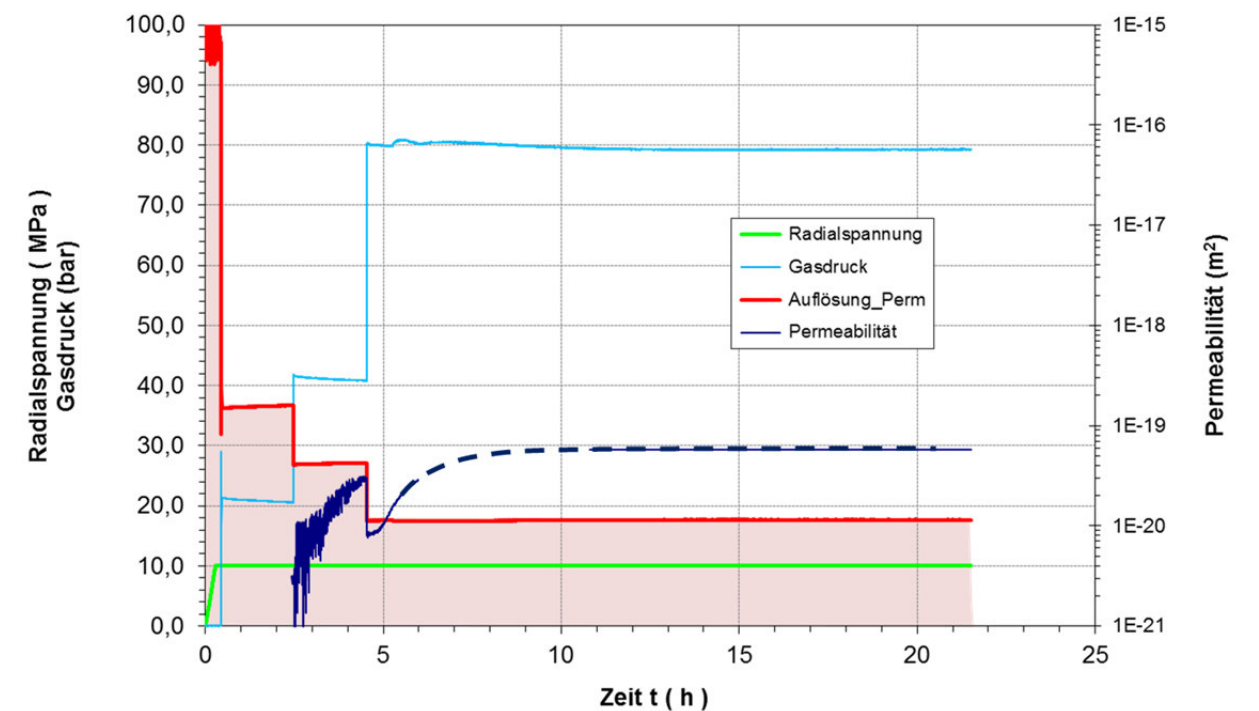
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



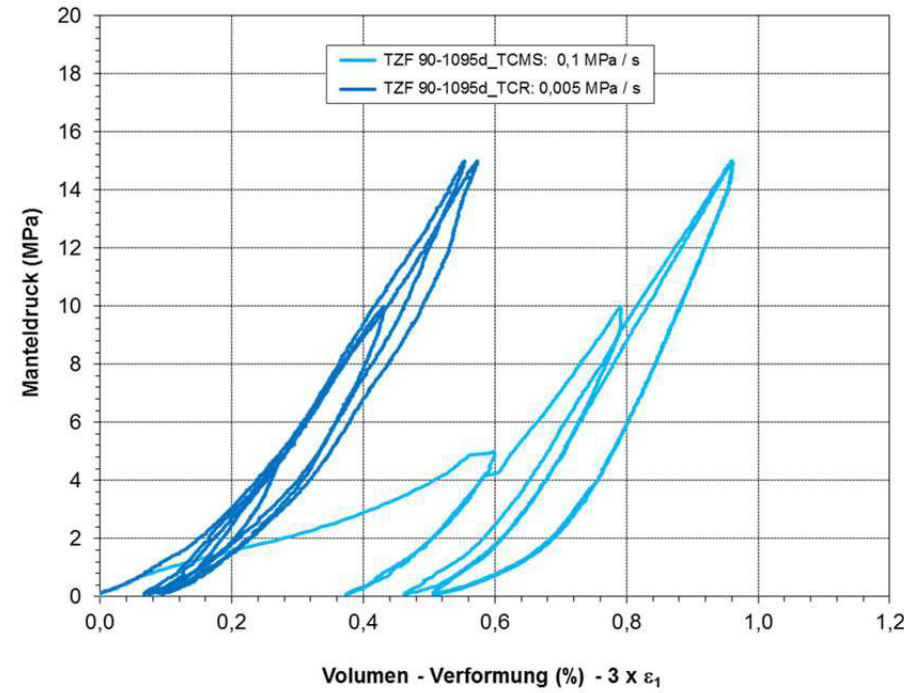
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



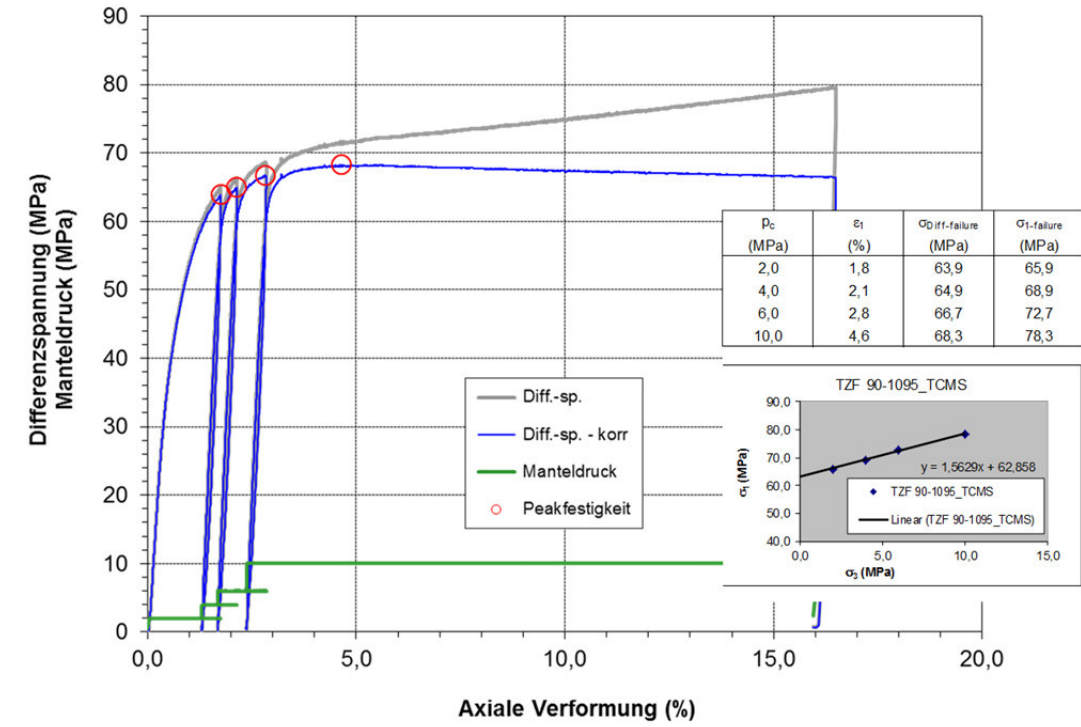
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 185 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.17: Probe TZF 90-1095d

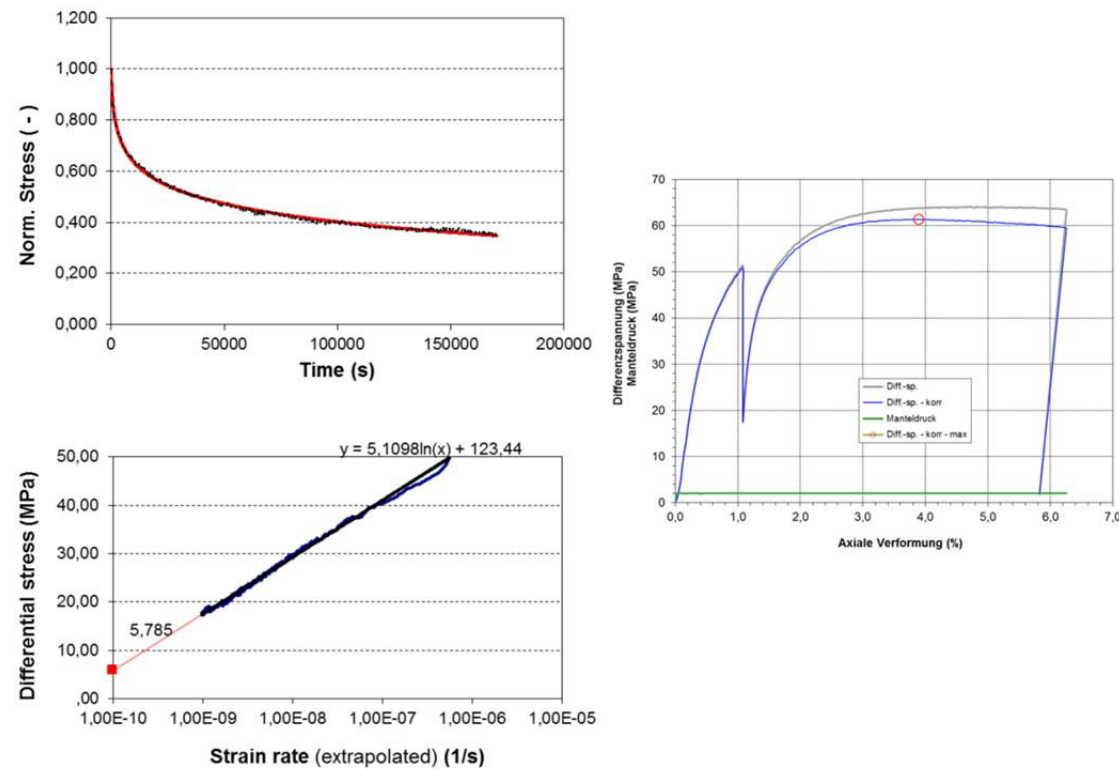
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



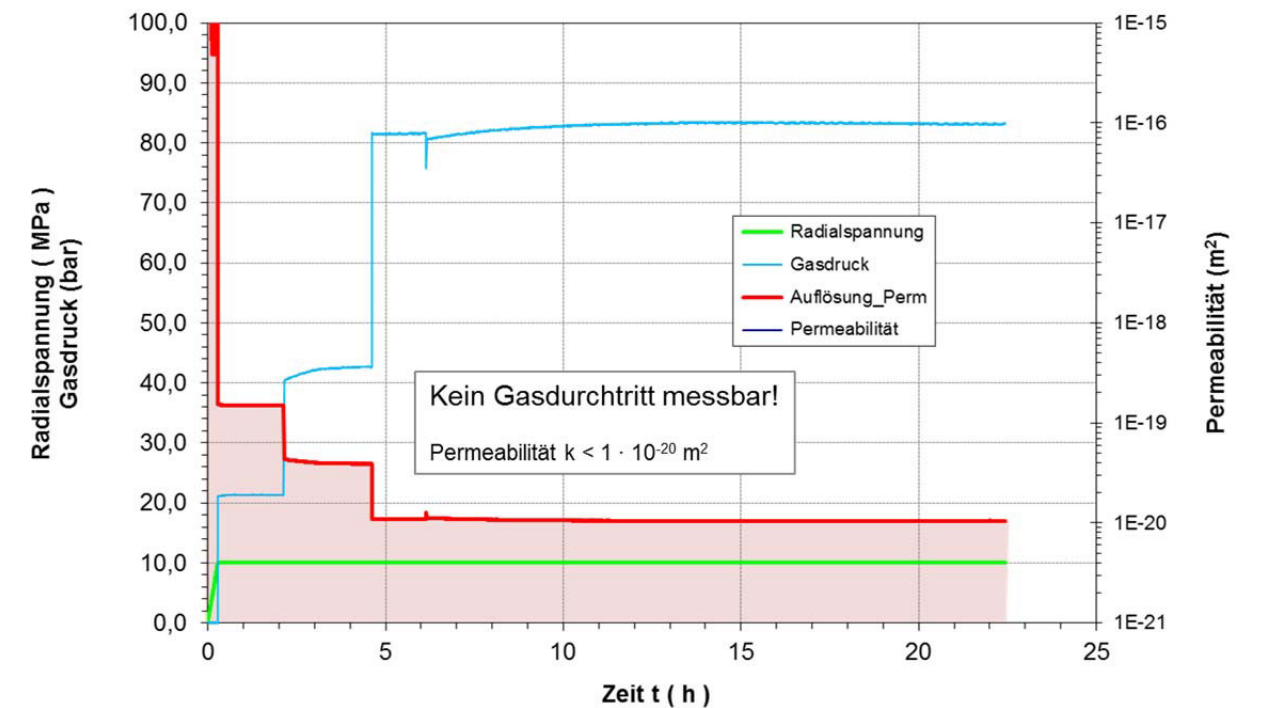
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

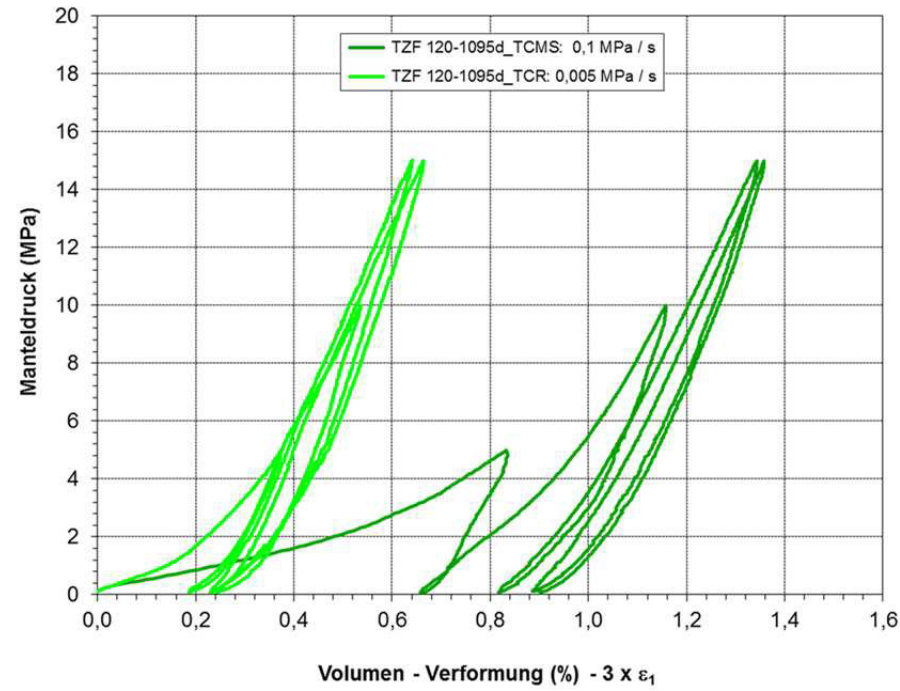




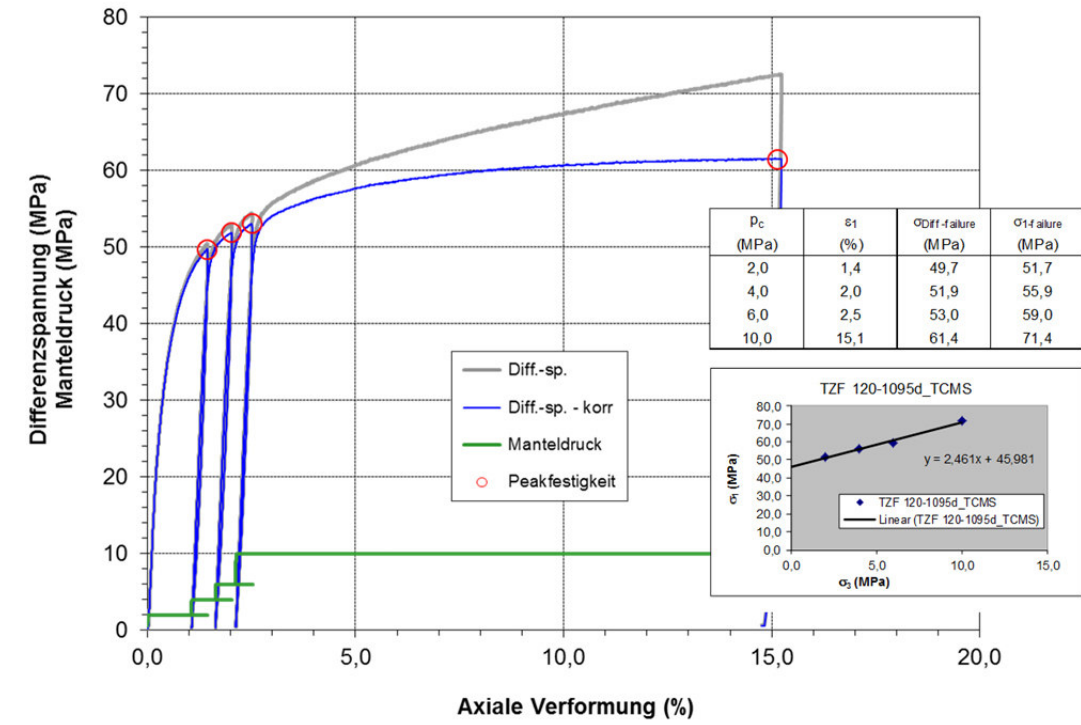
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 186 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 4.18: Probe TZF 120-1095d

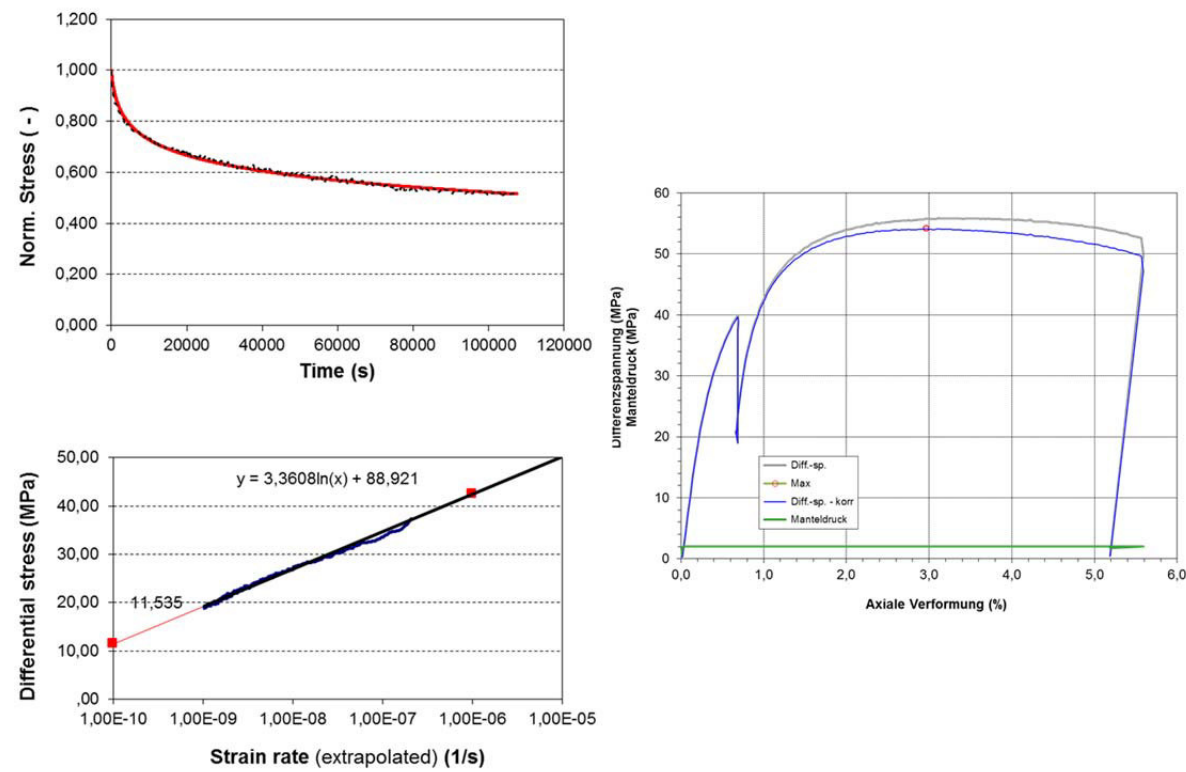
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



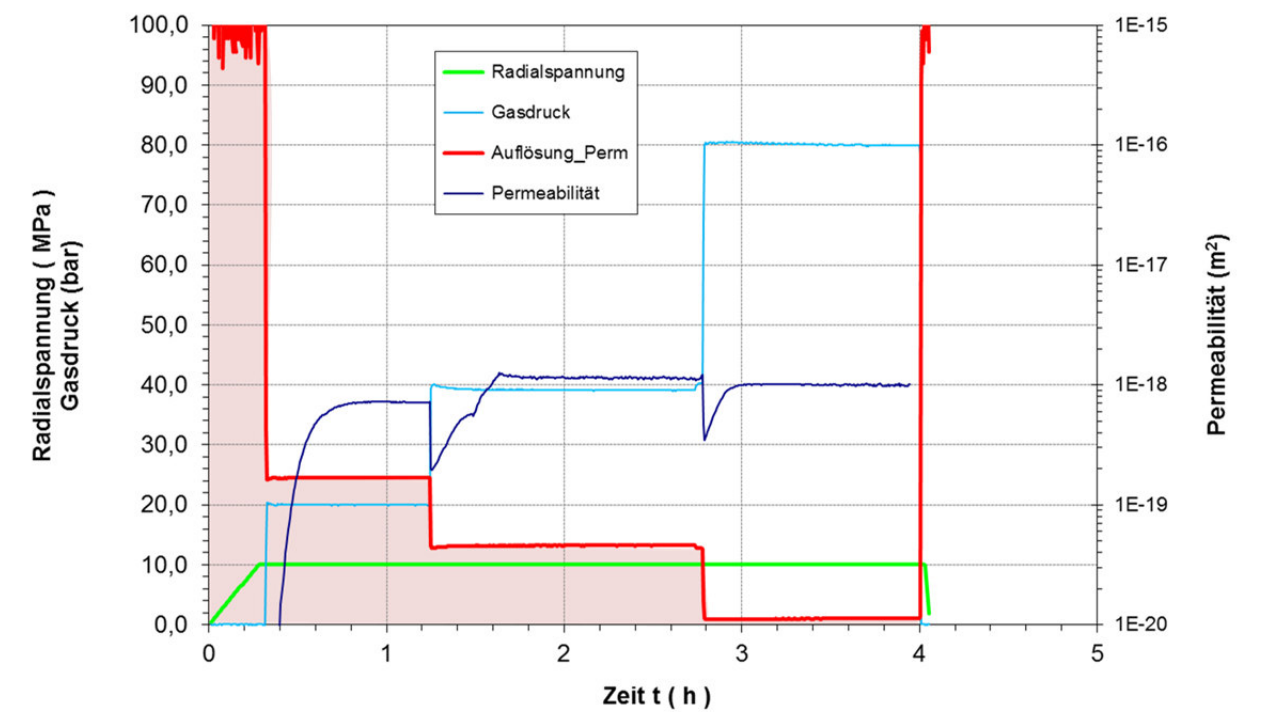
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)





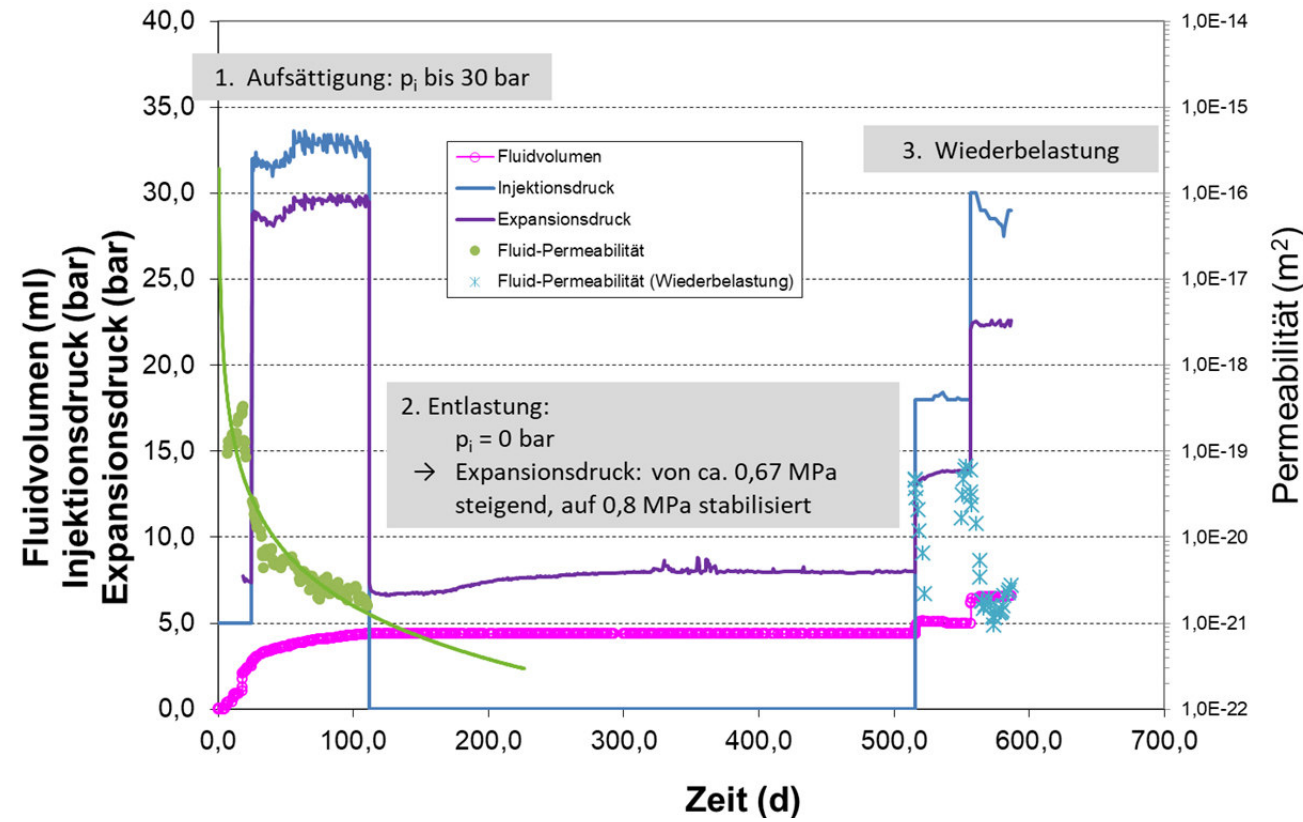
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 187 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 5:

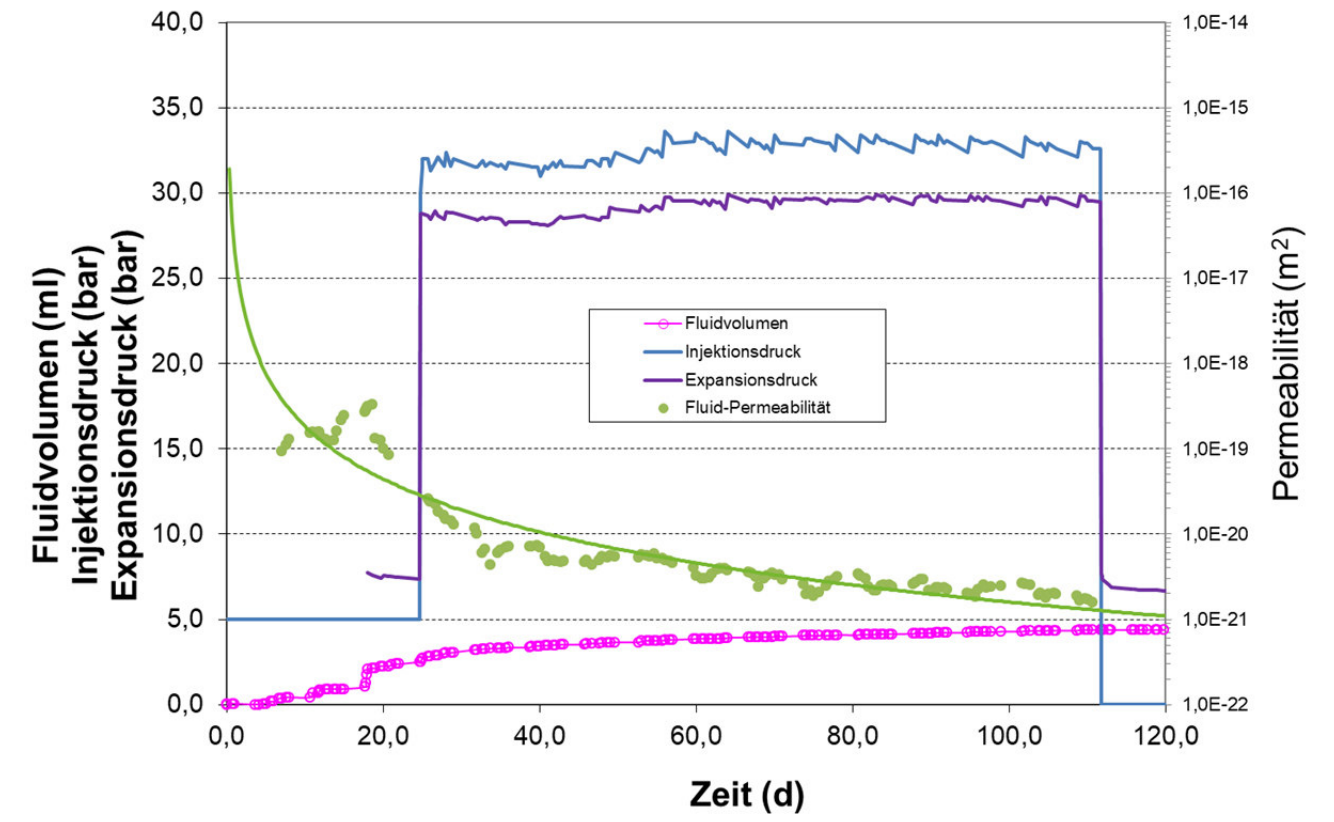
Dokumentation der Anströmungsversuche des Untersuchungsfeldes 2

Anhang 5.1: Probe TZF 60-2d-LZ-587d

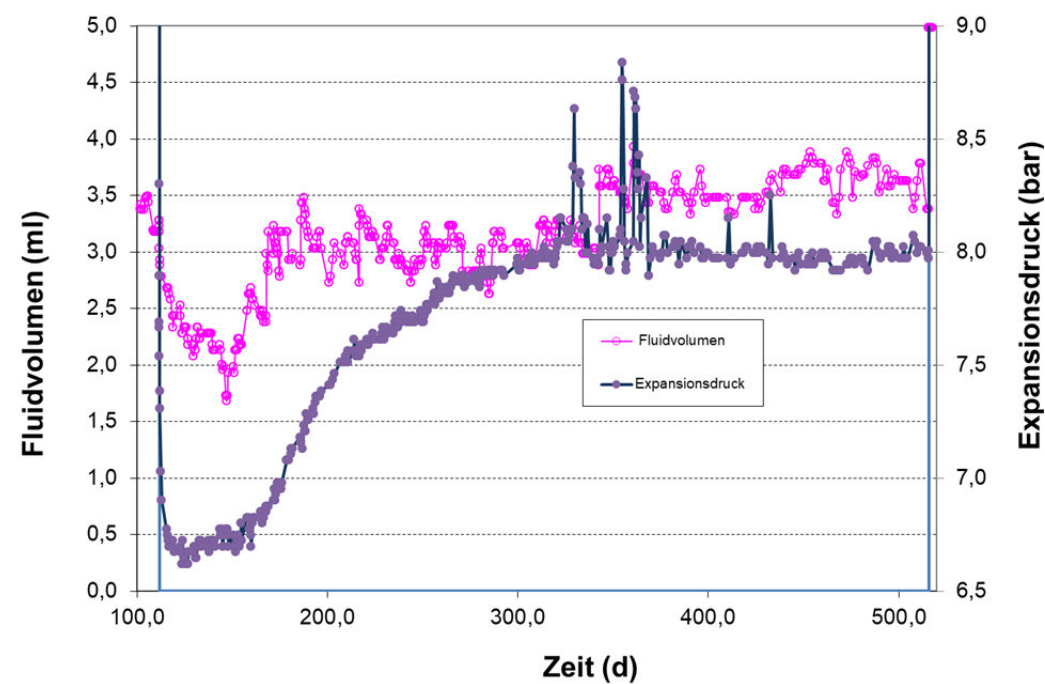
Übersicht



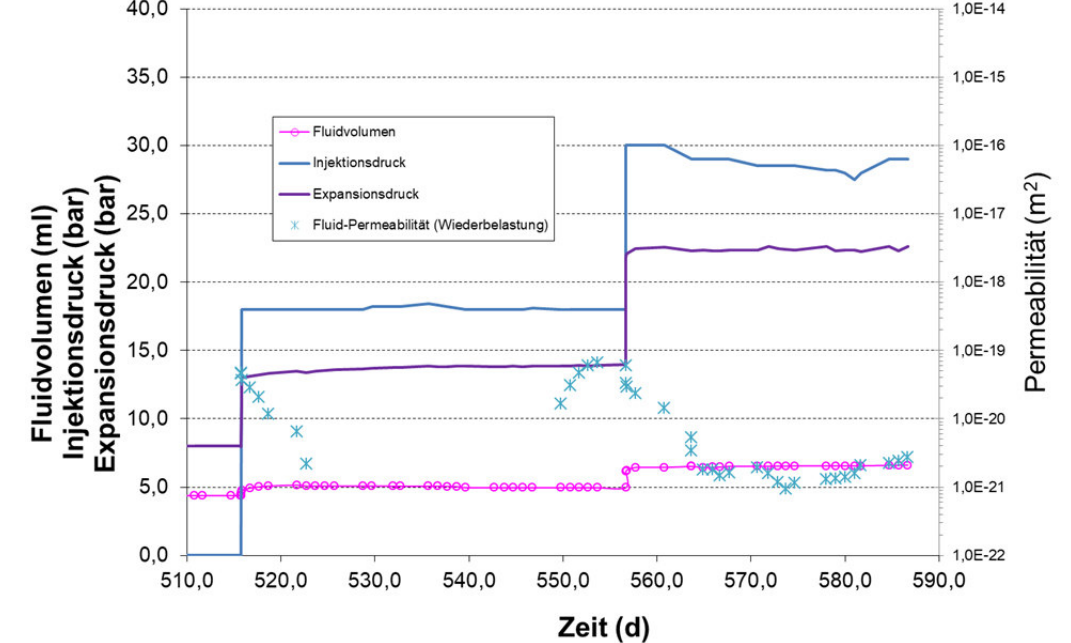
Anströmungsphase: Kristallisationsdruck



Entlastungsphase: Kristallisationsdruck

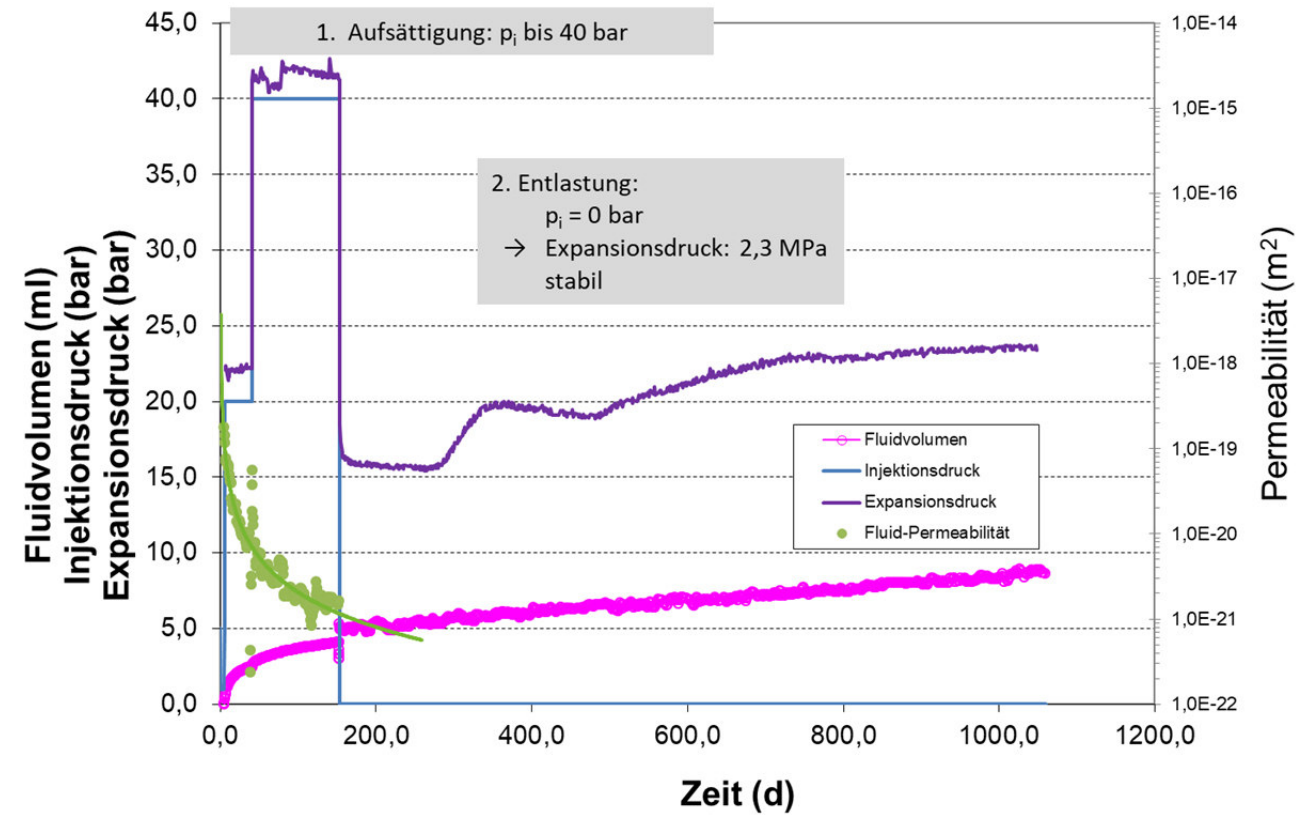


Wiederbelastungsphase: Kristallisationsdruck

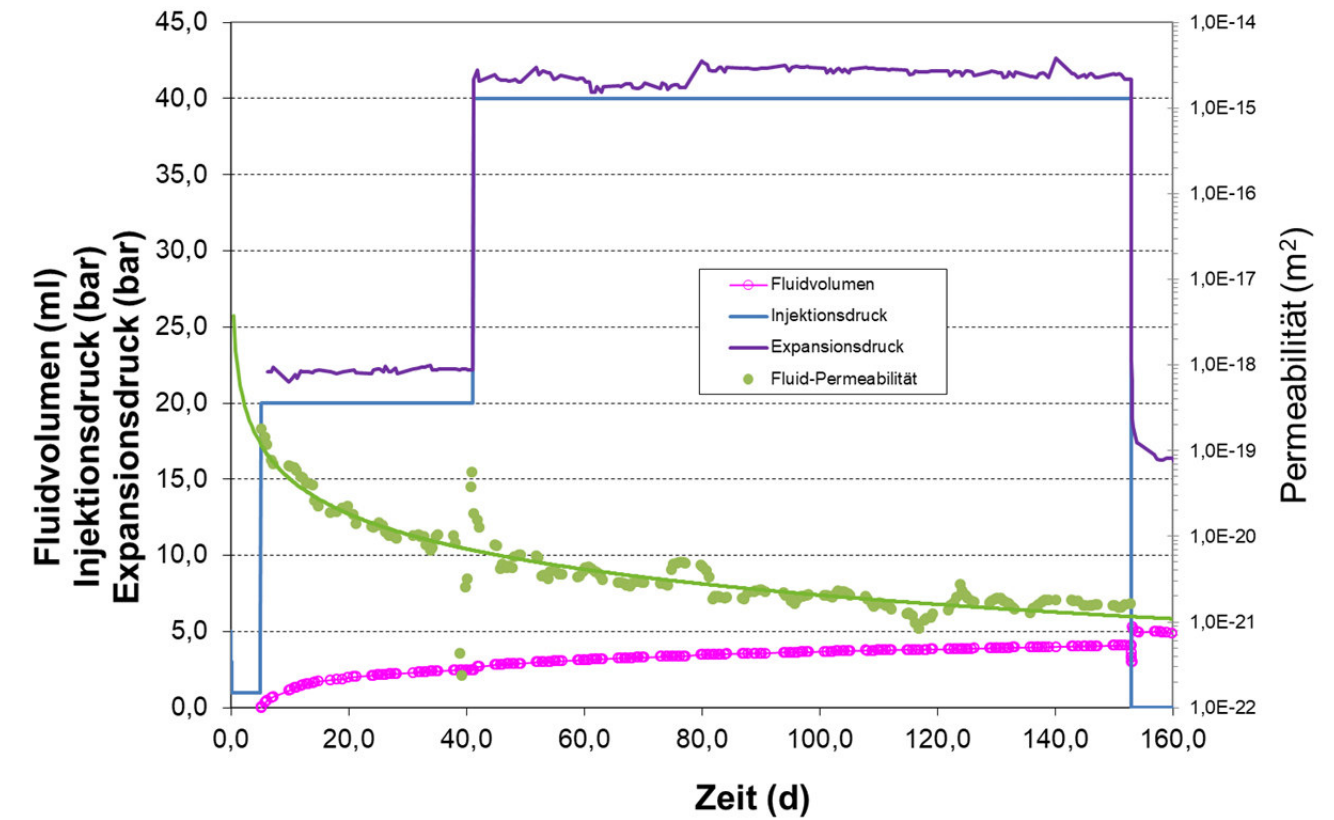


Anhang 5.2: Probe TZF 90-2d-LZ-1095d

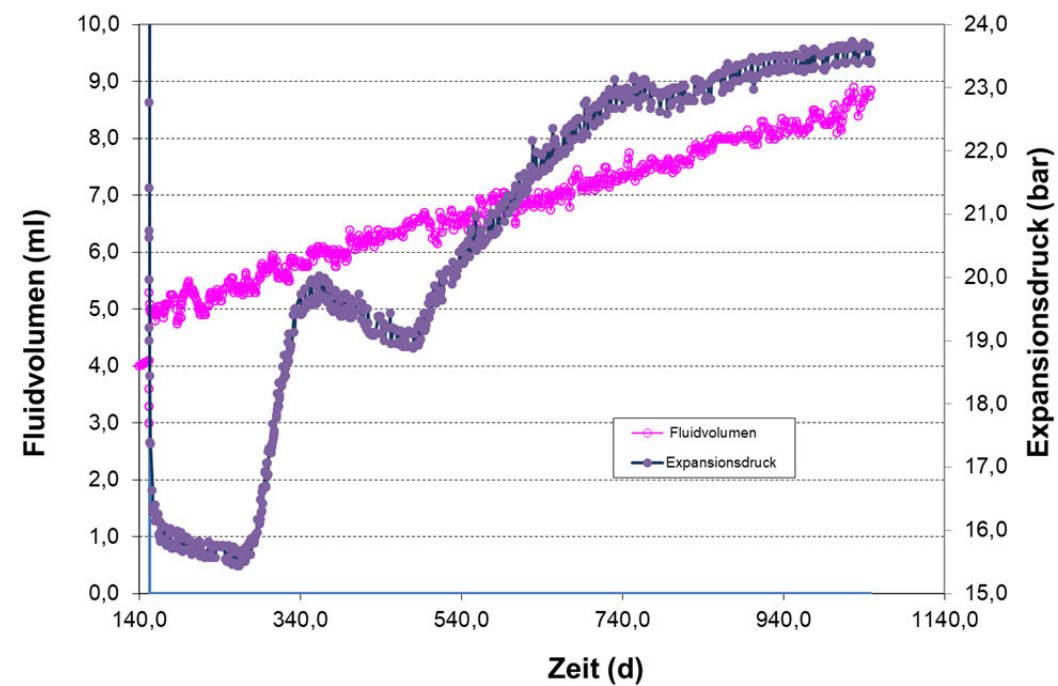
Übersicht



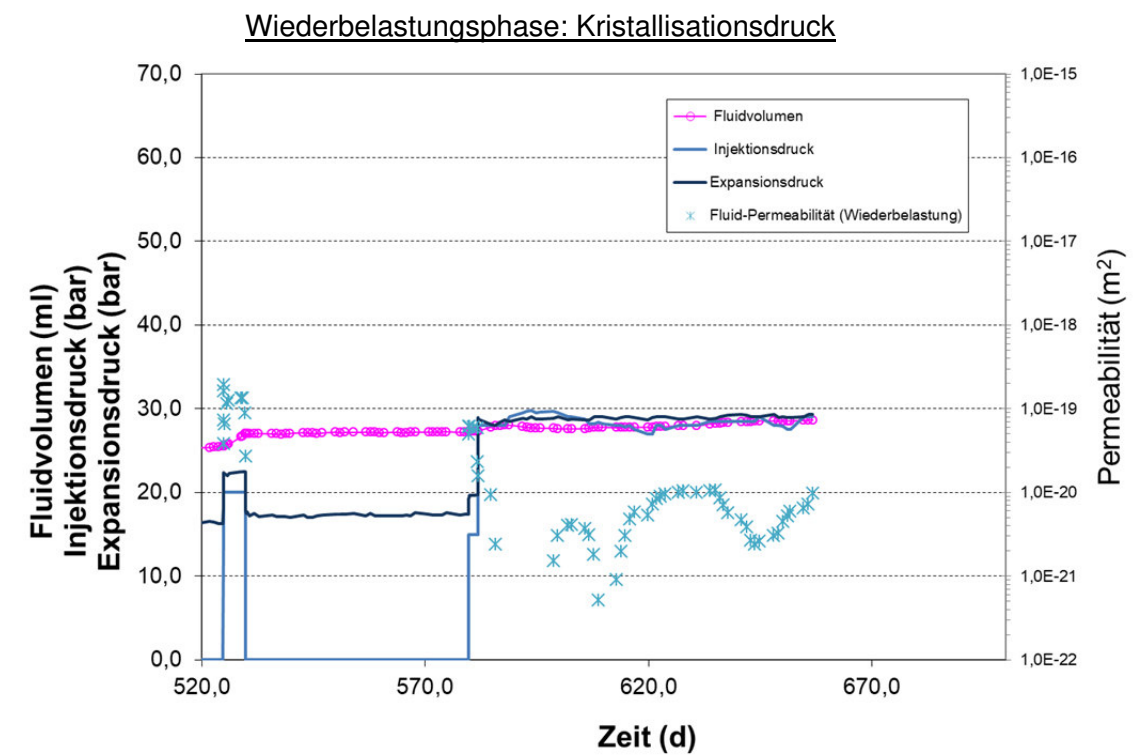
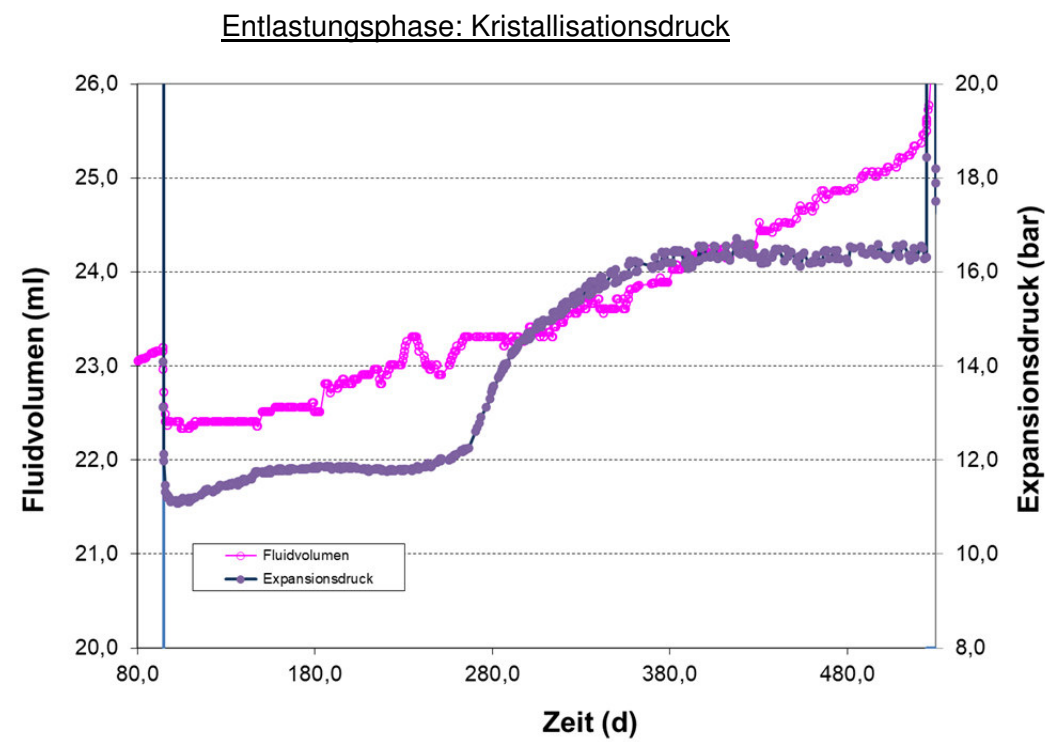
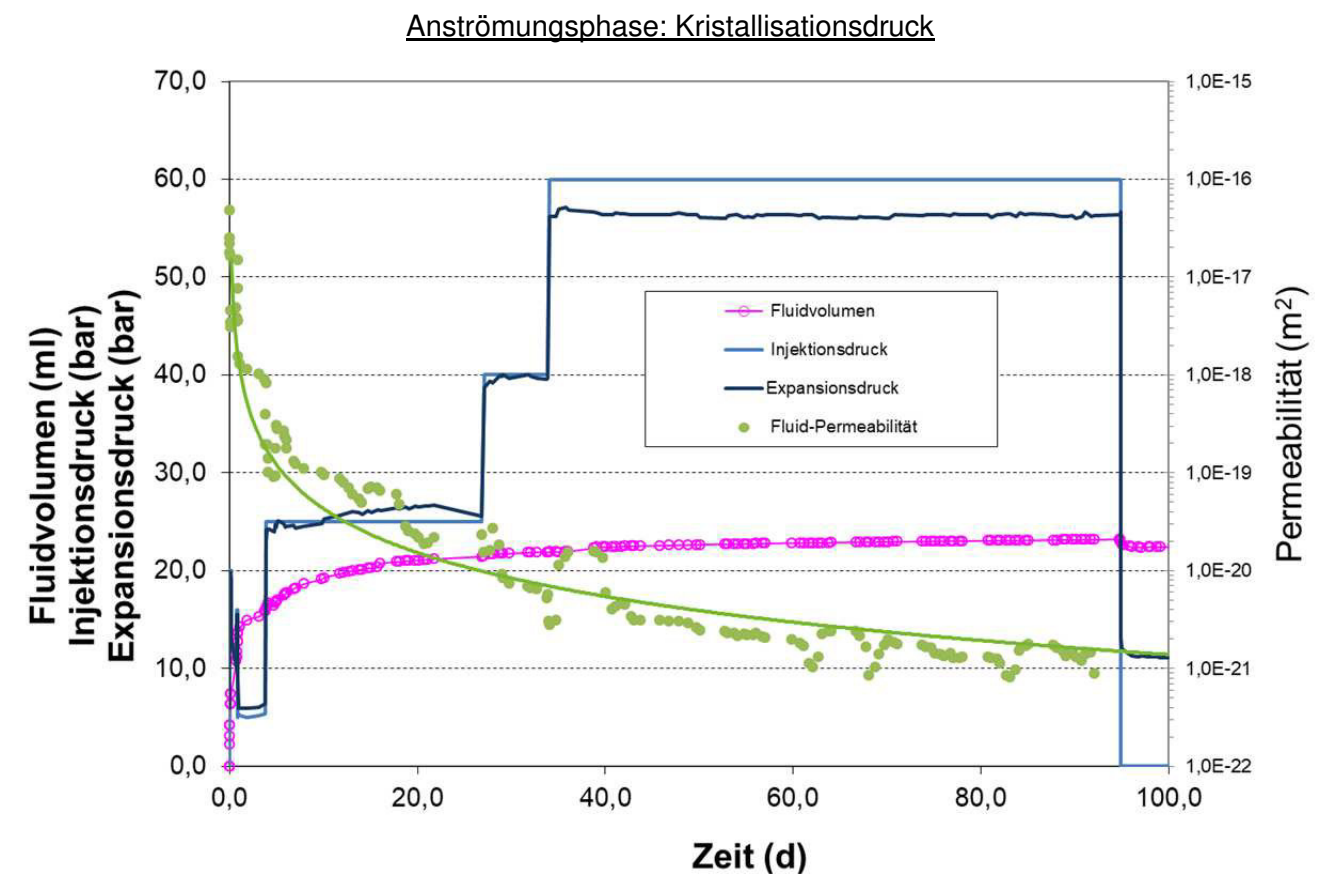
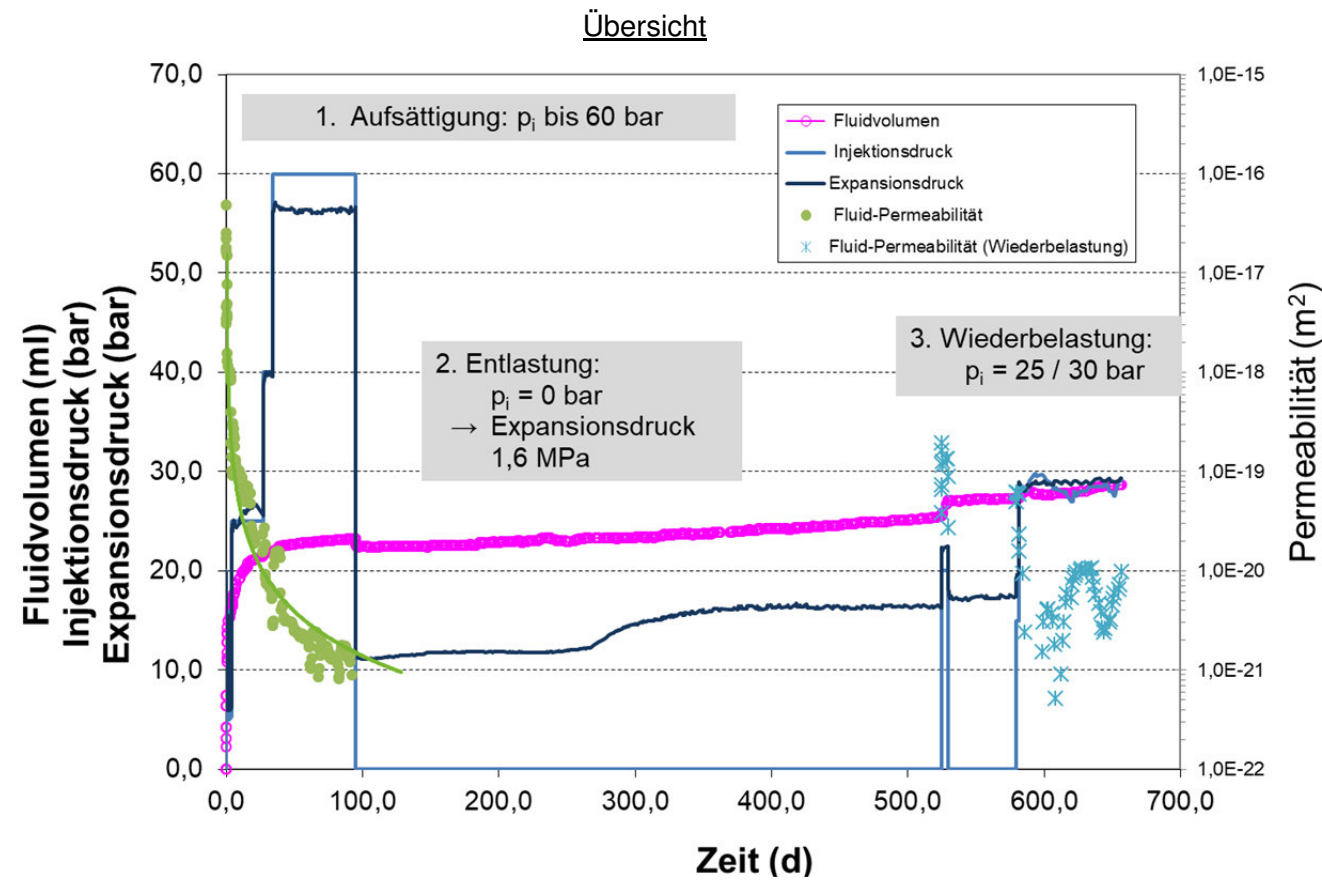
Anströmungsphase: Kristallisationsdruck



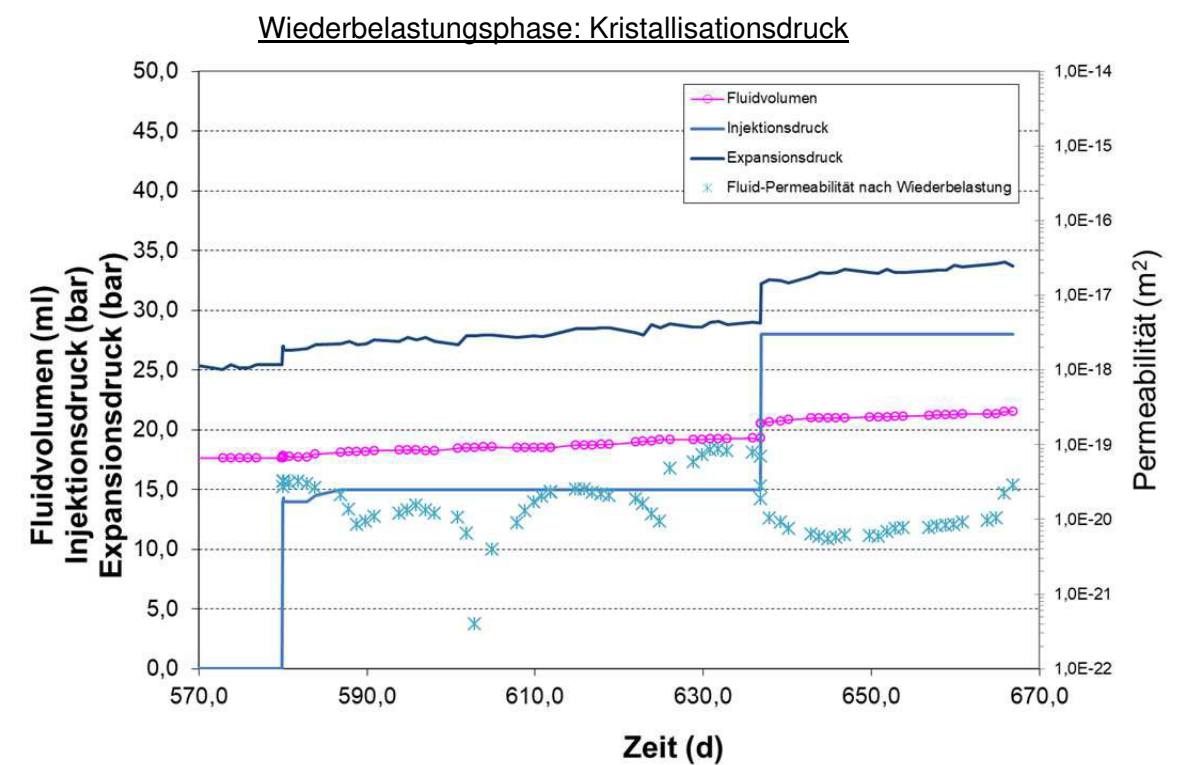
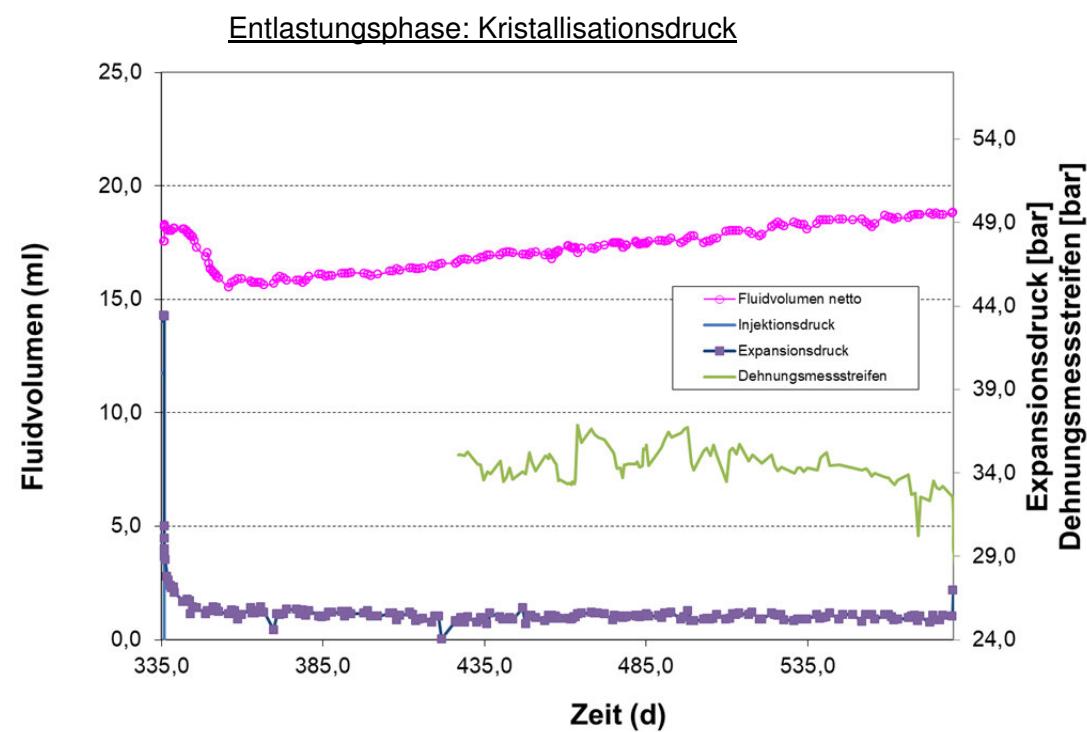
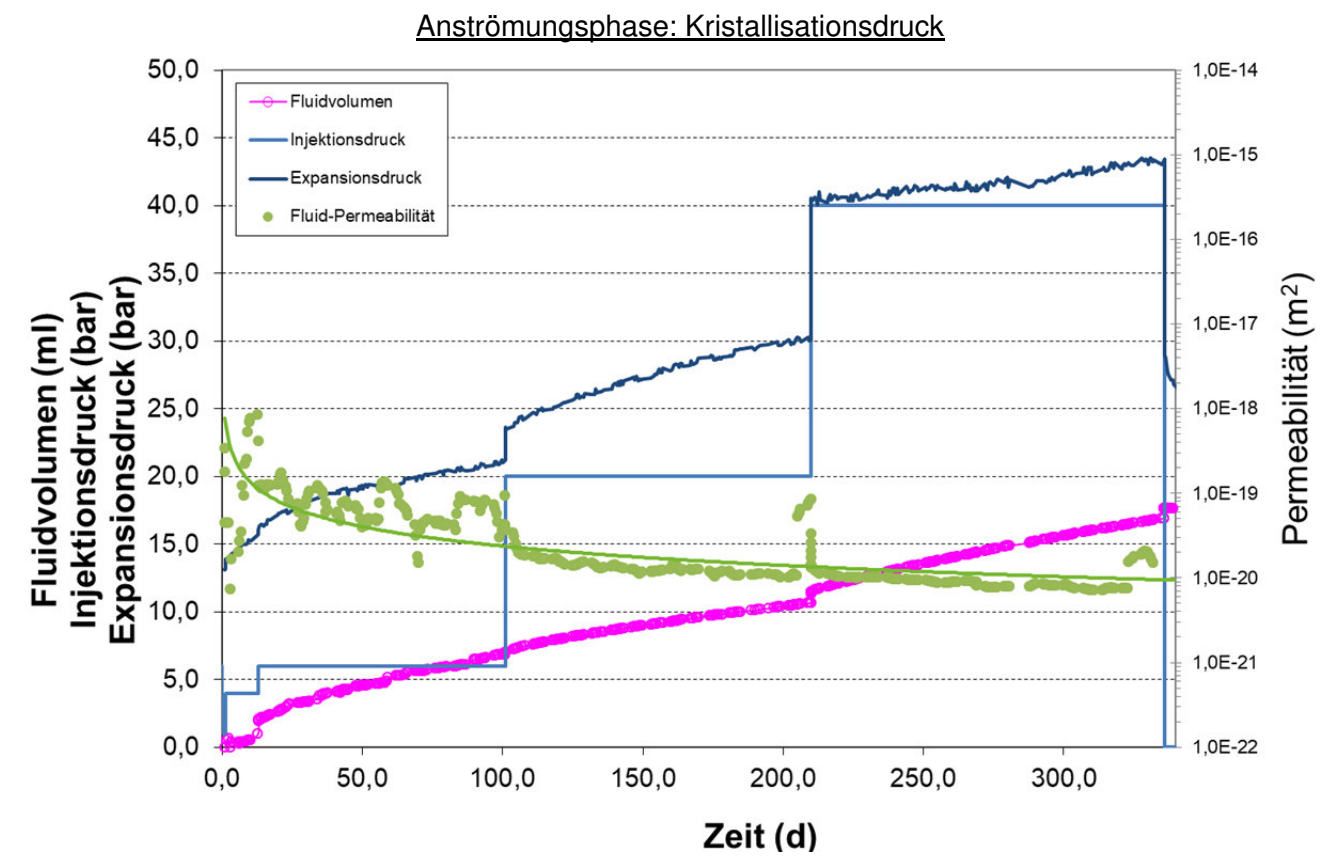
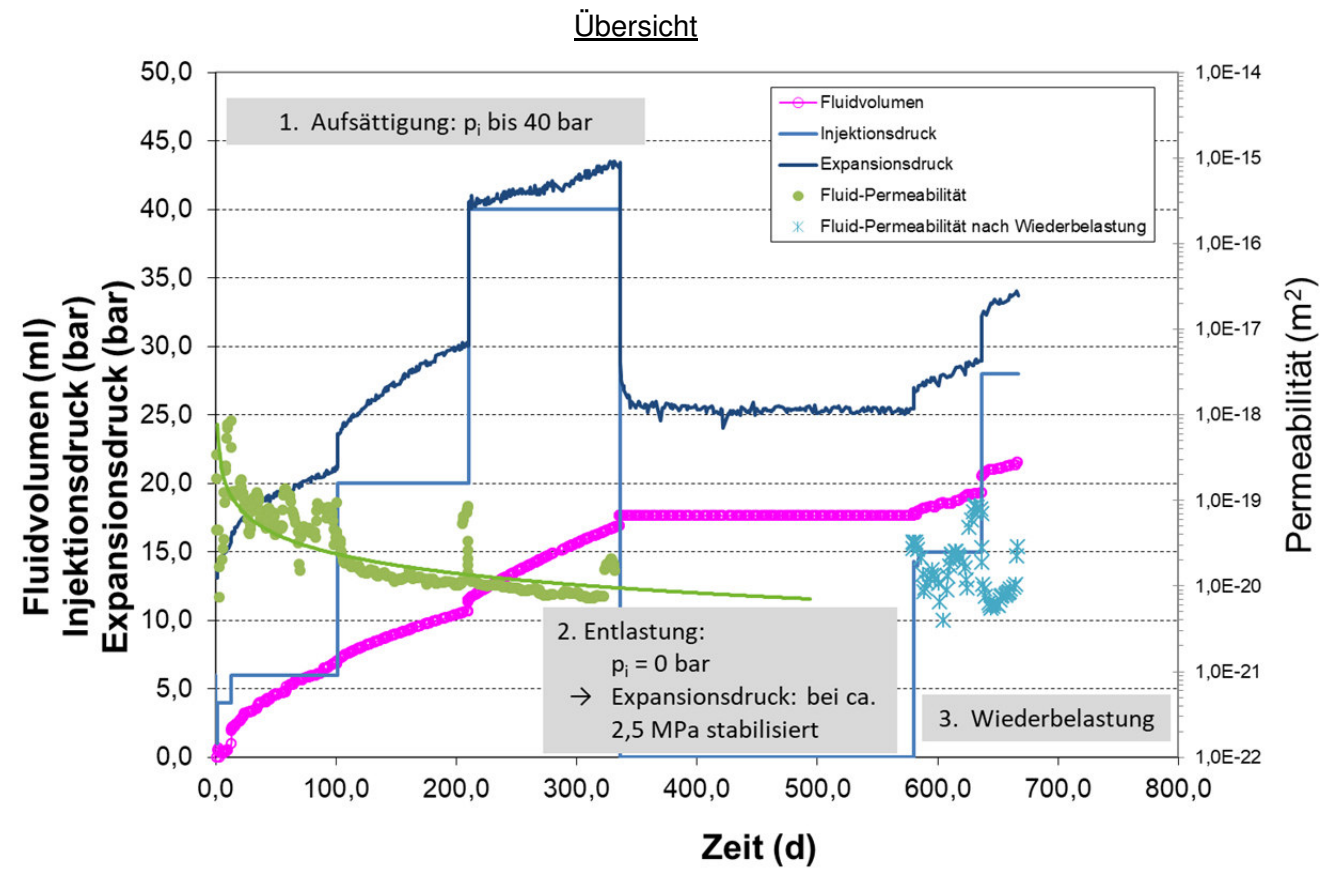
Entlastungsphase: Kristallisationsdruck



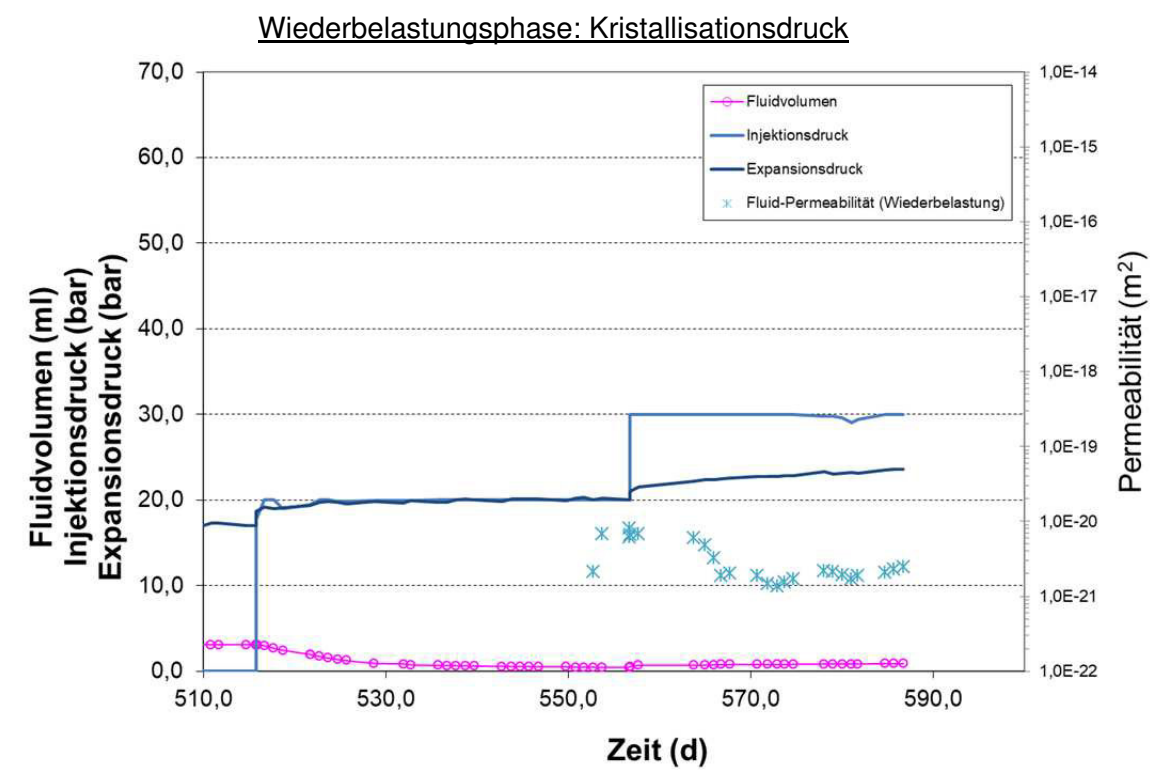
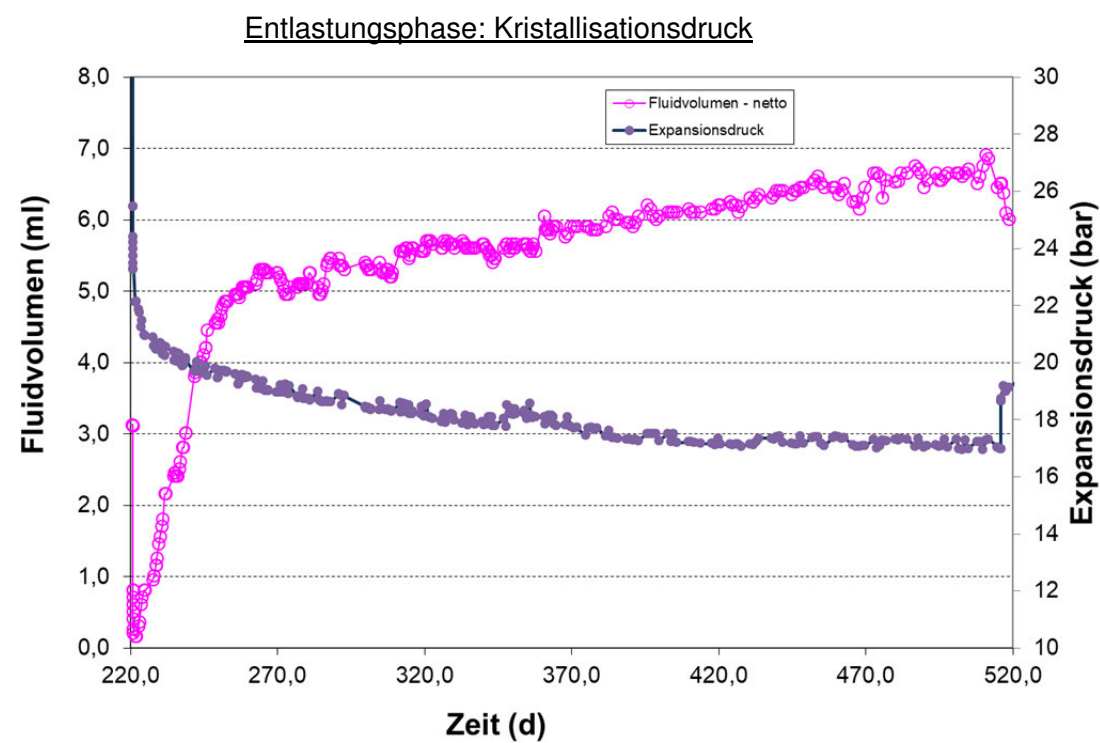
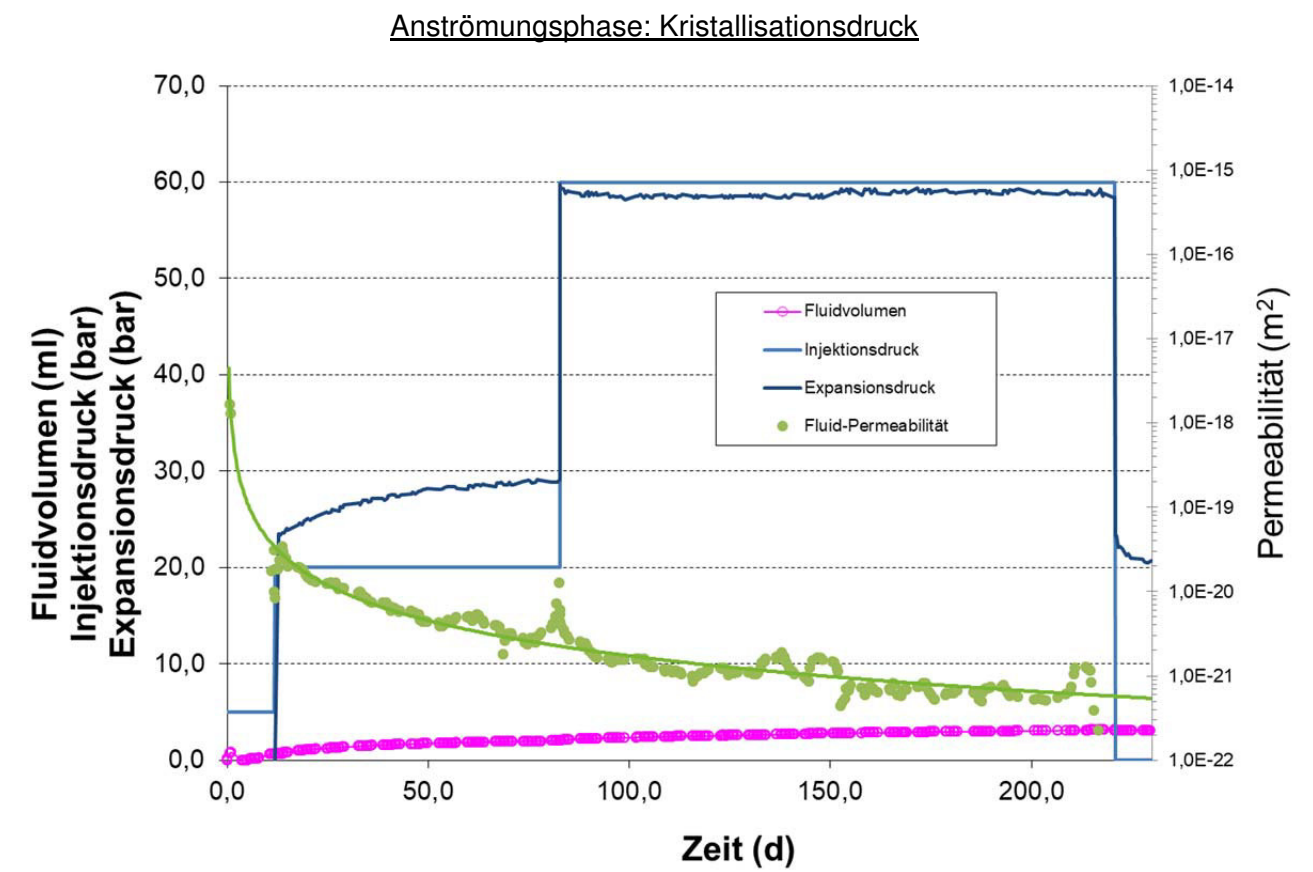
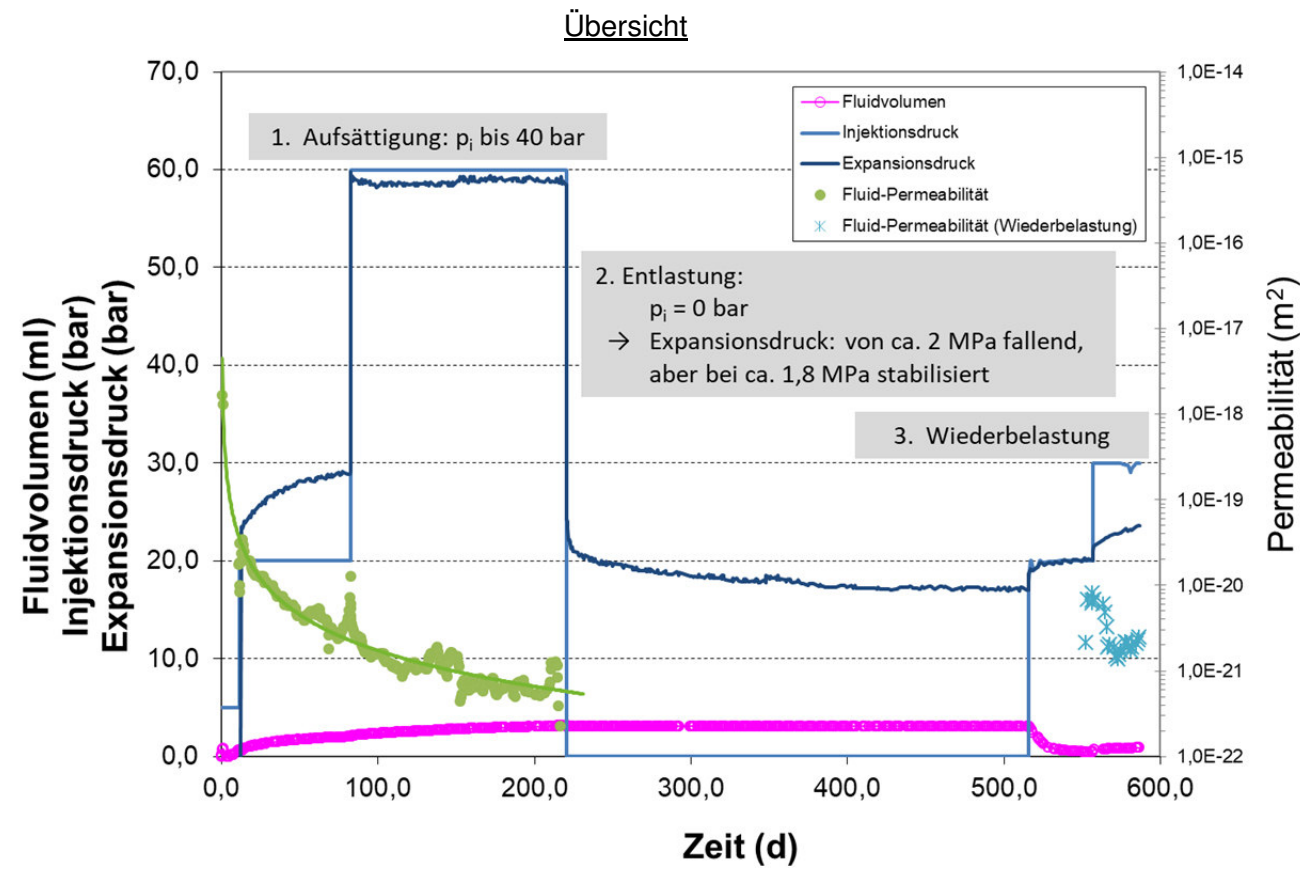
Anhang 5.3: Probe TZF 120-2d-LZ-1095d



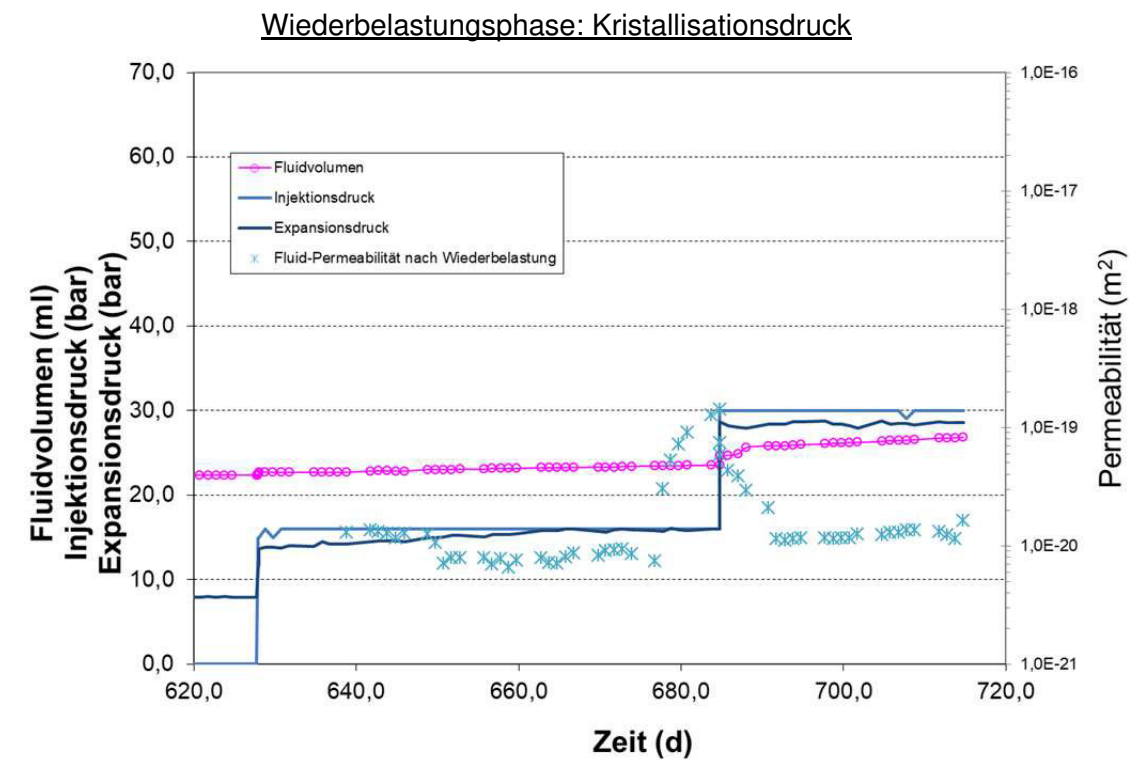
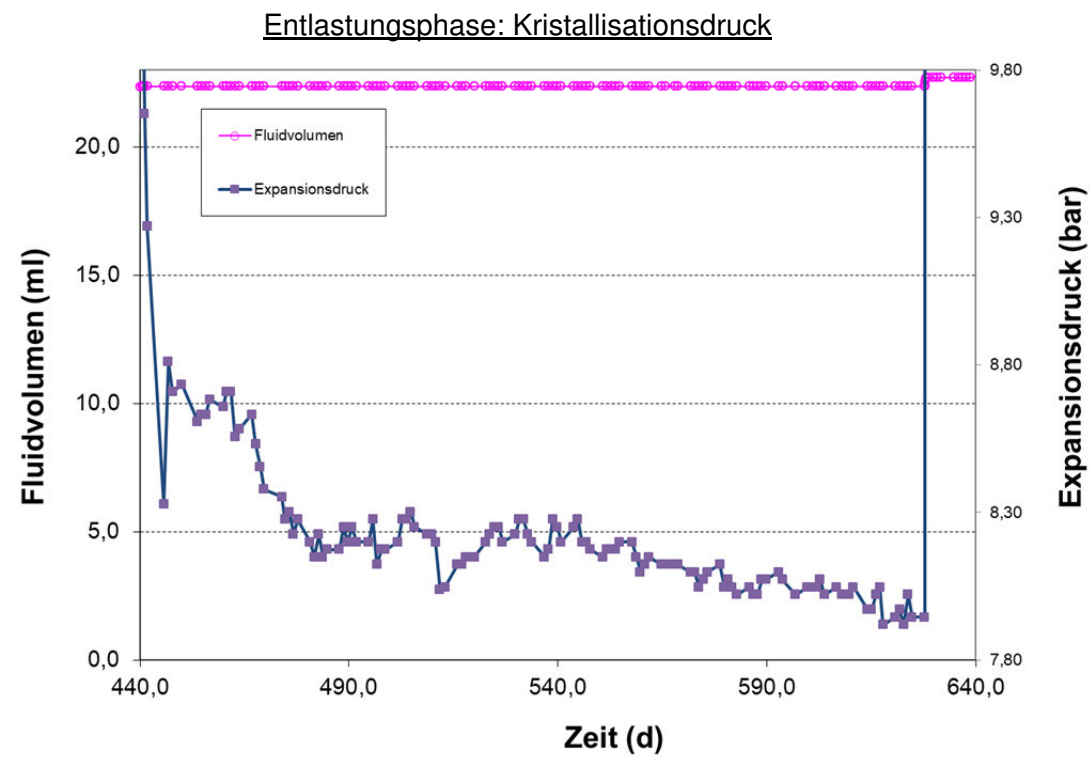
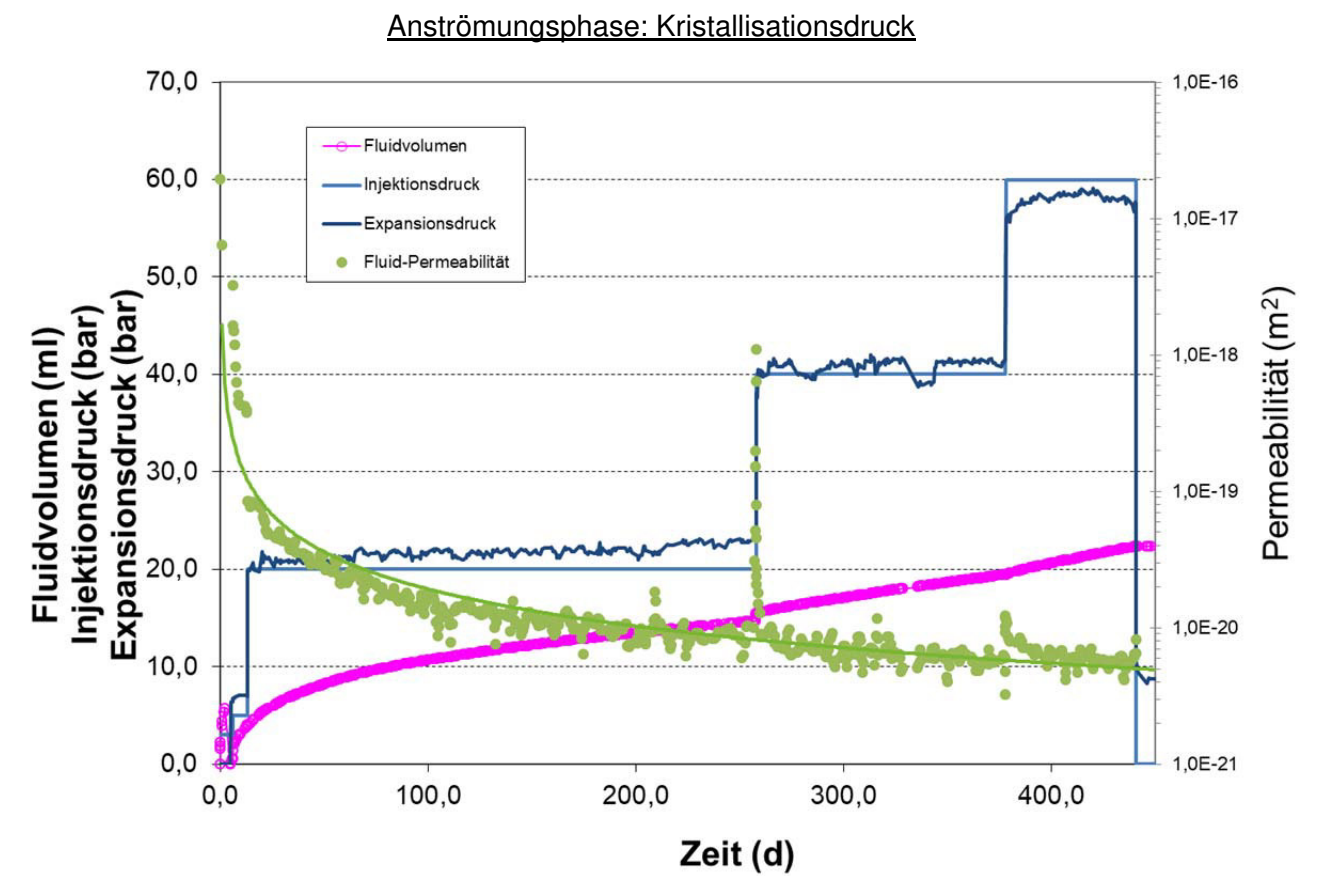
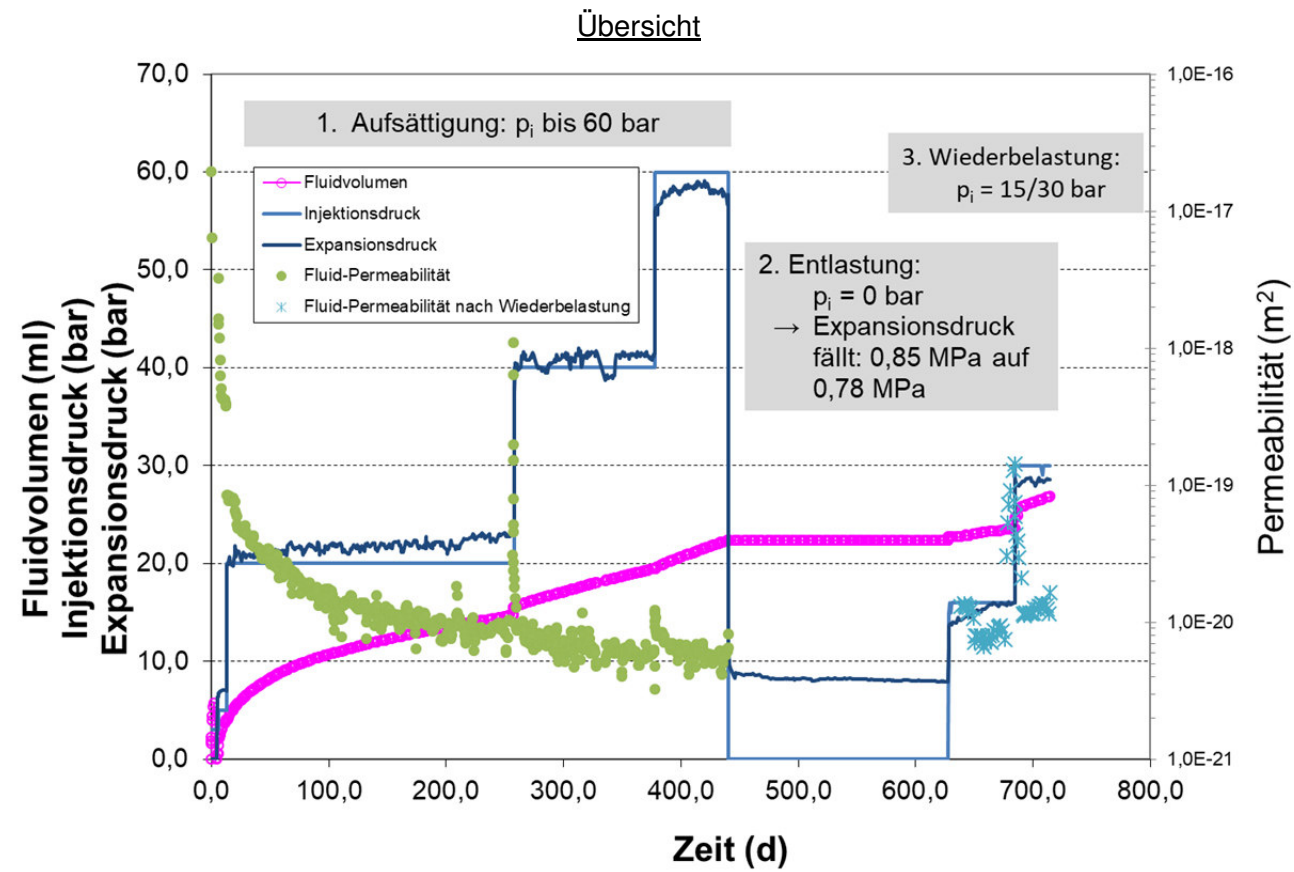
Anhang 5.4: Probe TZF 60-28d-LZ-667d



Anhang 5.5: Probe TZF 90-28d-LZ-587d

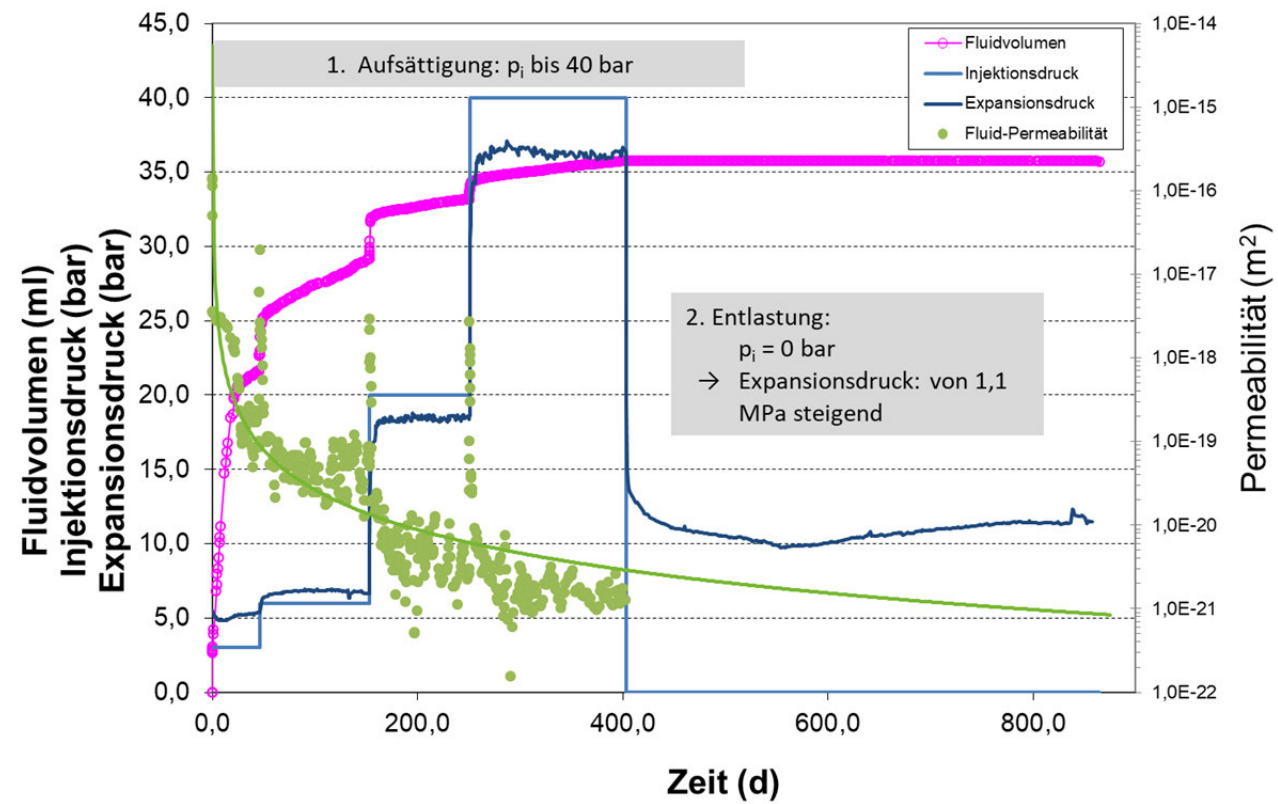


Anhang 5.6: Probe TZF 120-28d-LZ-715d

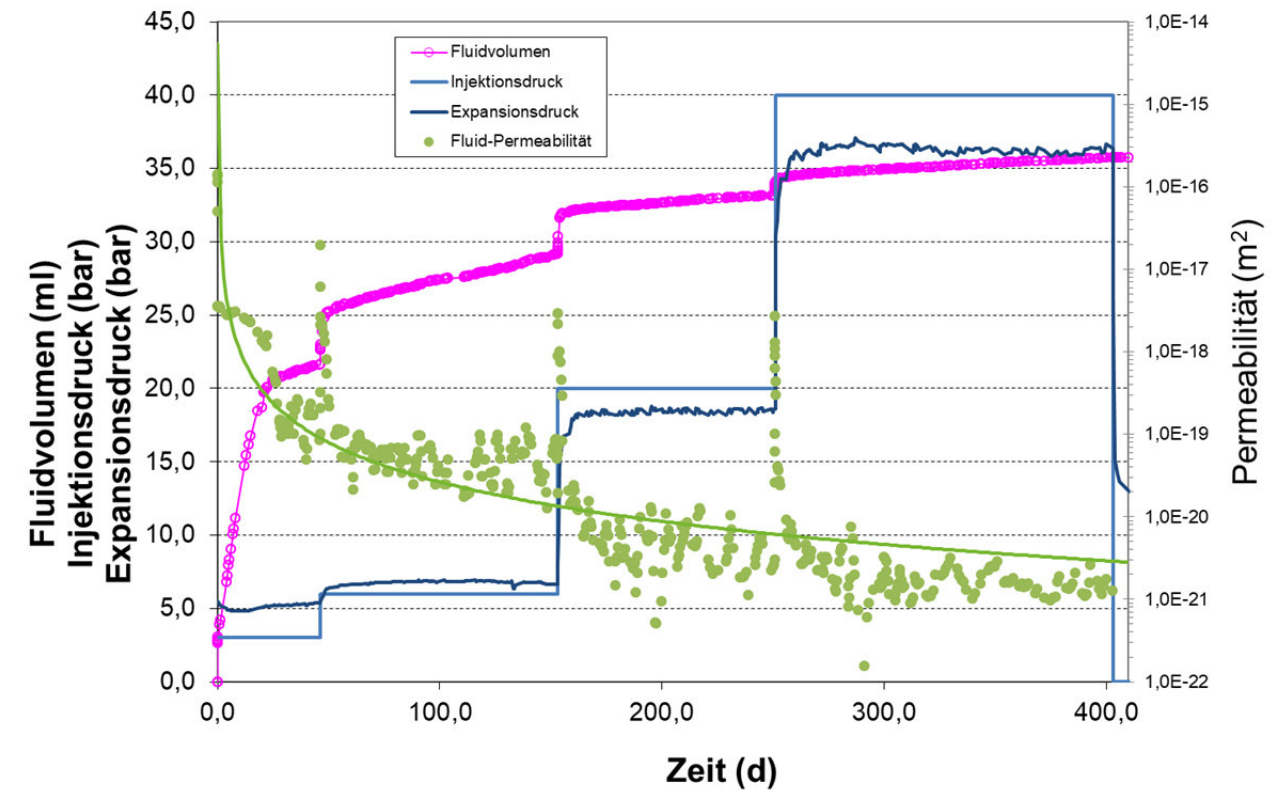


Anhang 5.7: Probe TZF 60-182d-LZ-865d

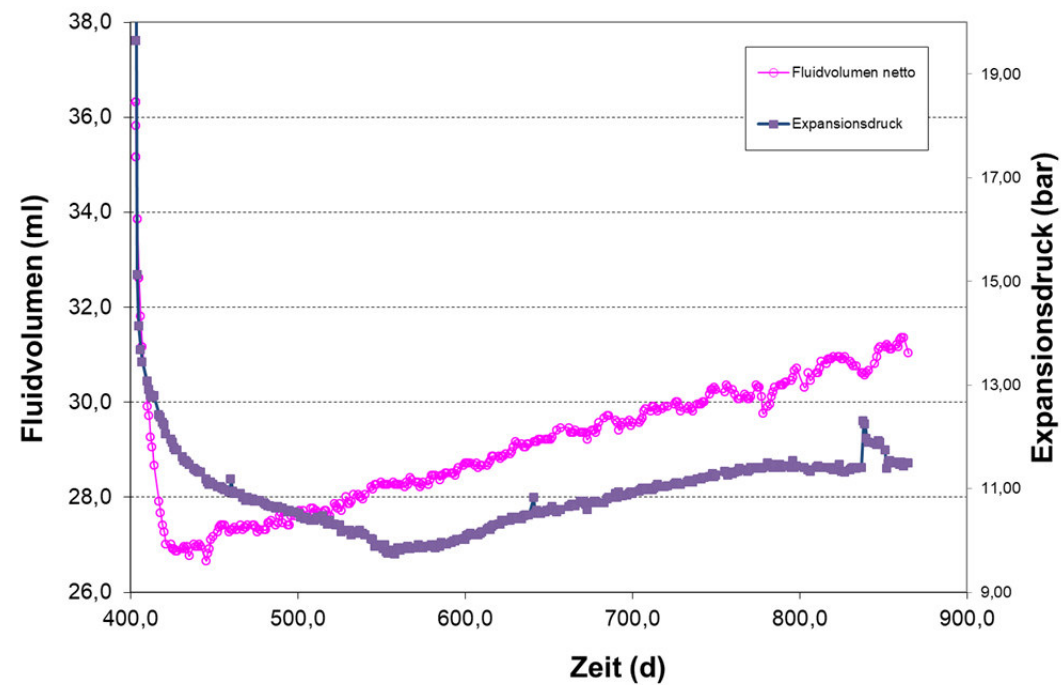
Übersicht



Anströmungsphase: Kristallisationsdruck

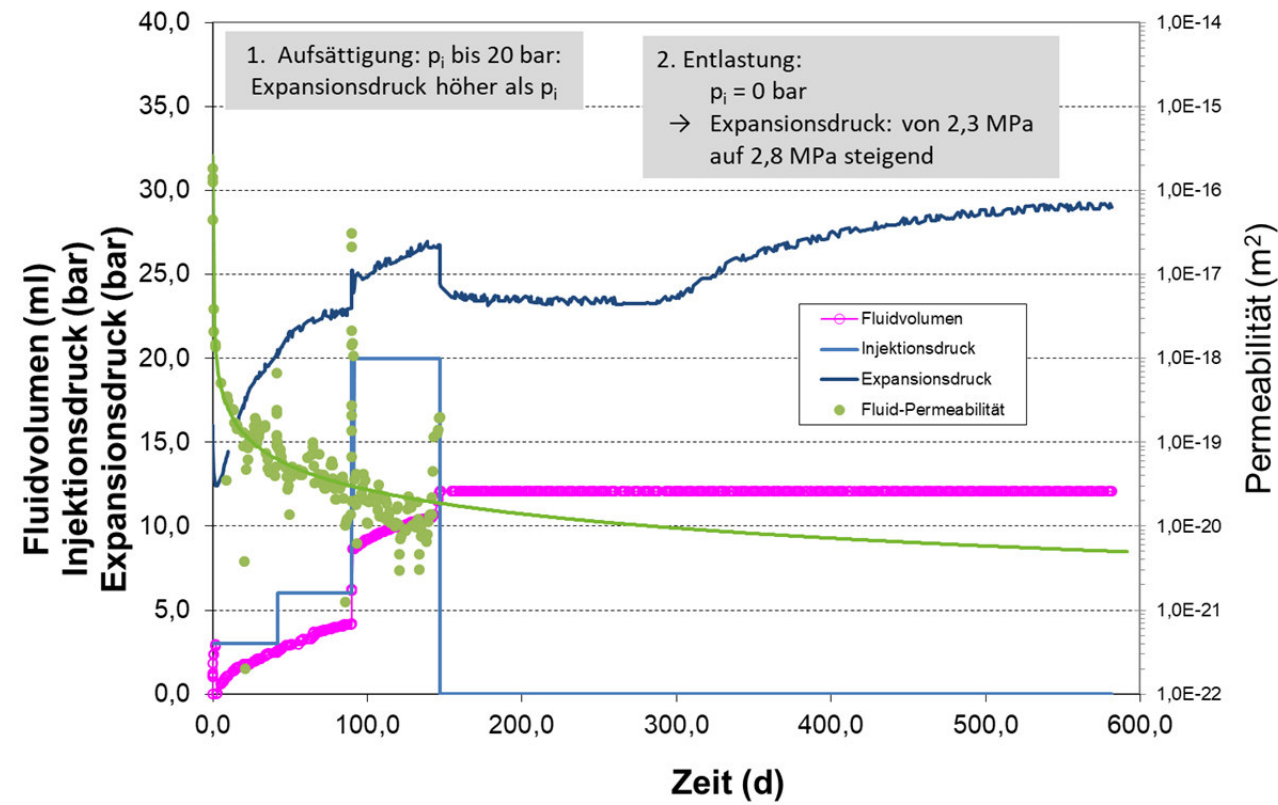


Entlastungsphase: Kristallisationsdruck

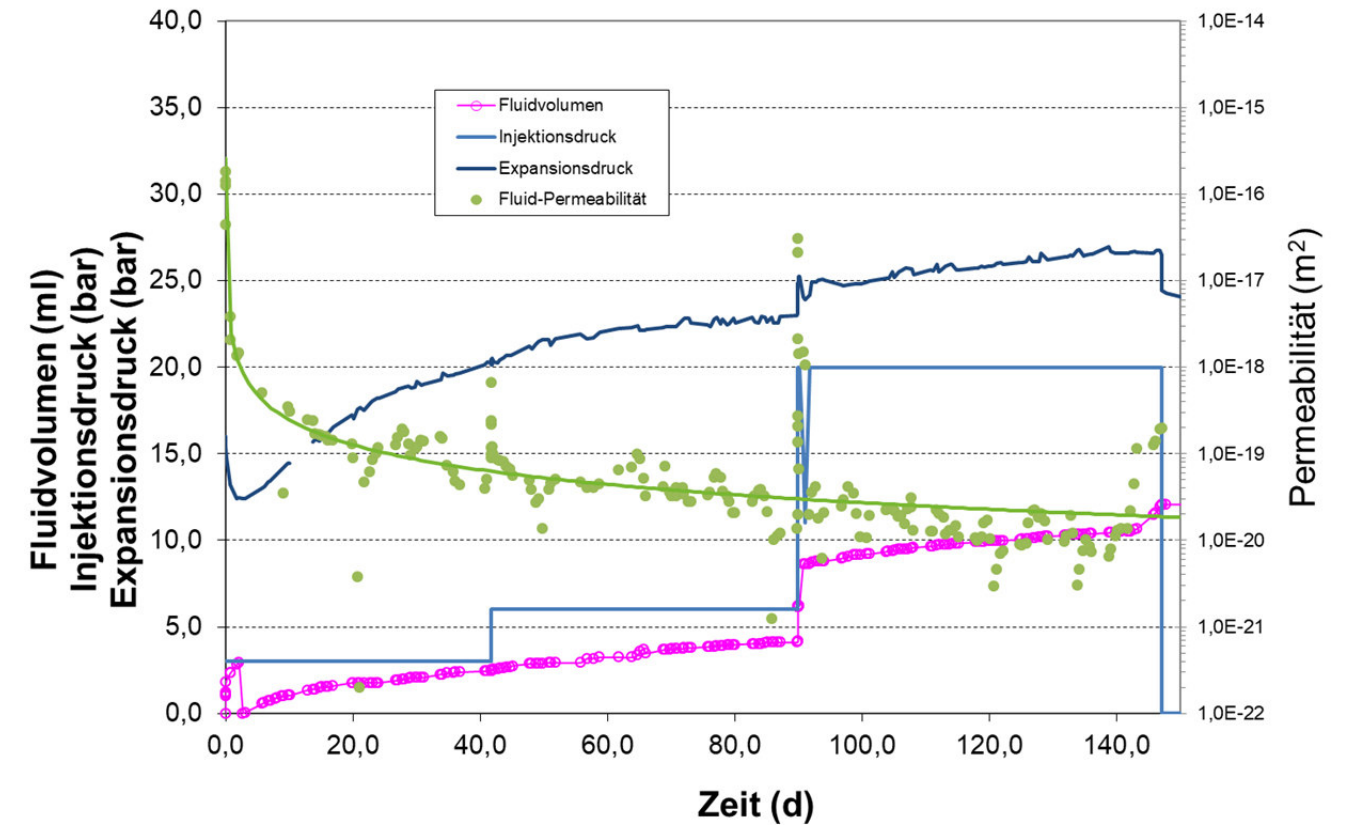


Anhang 5.8: Probe TZF 90-182d-LZ-582d

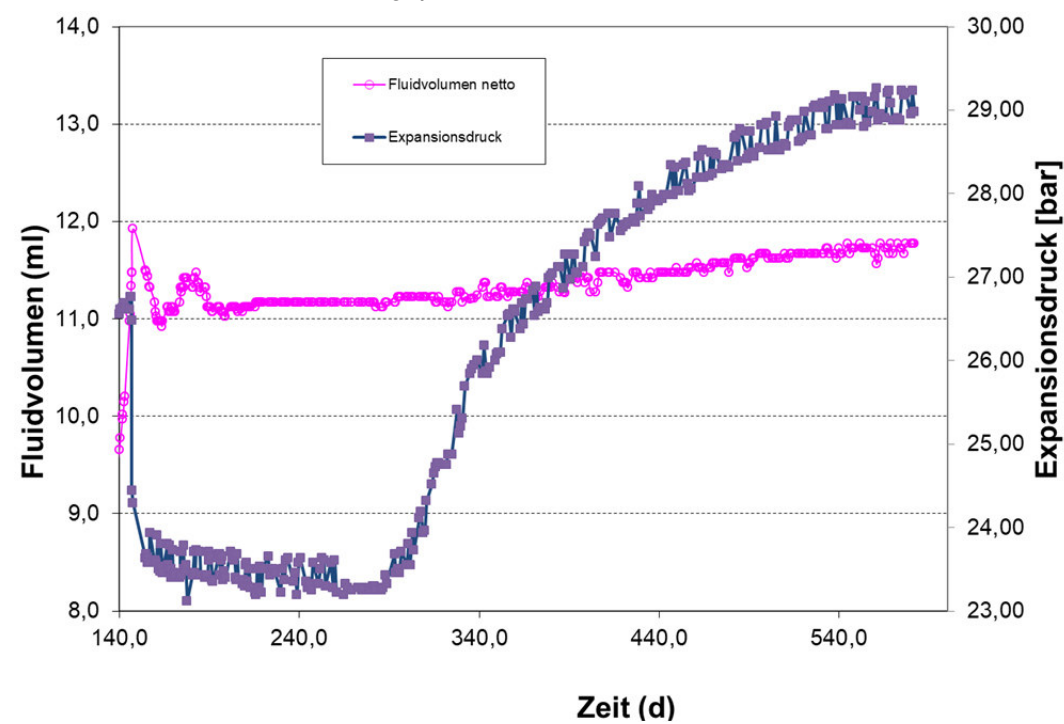
Übersicht



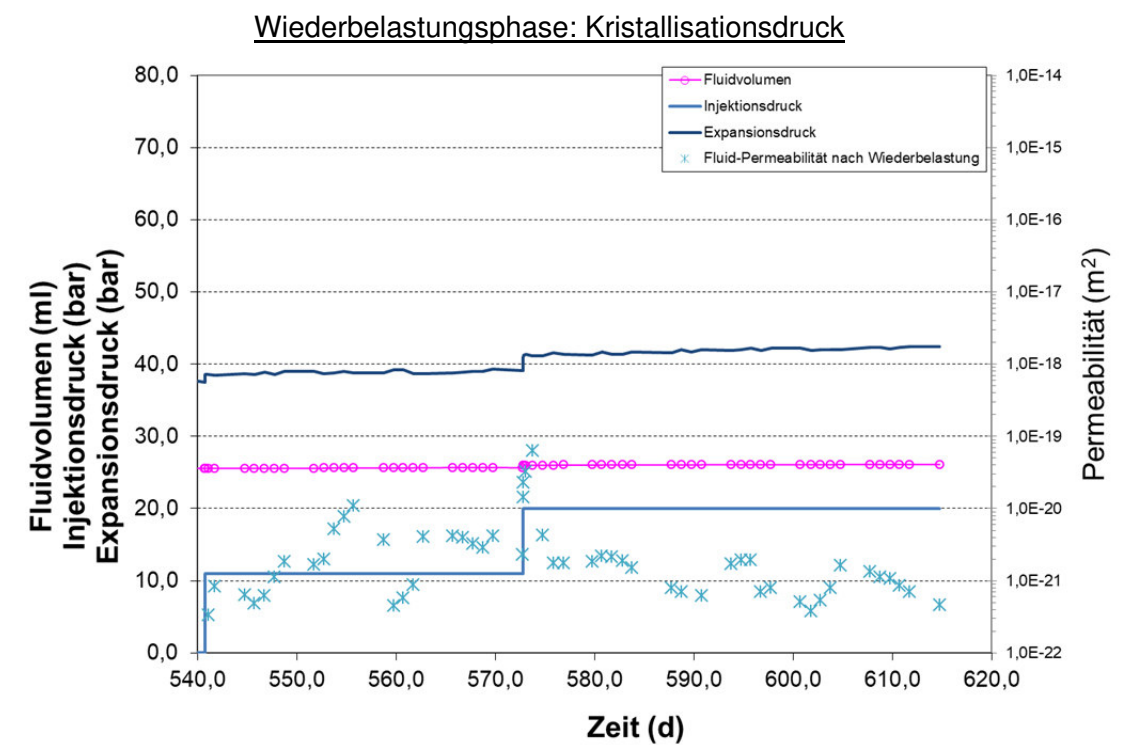
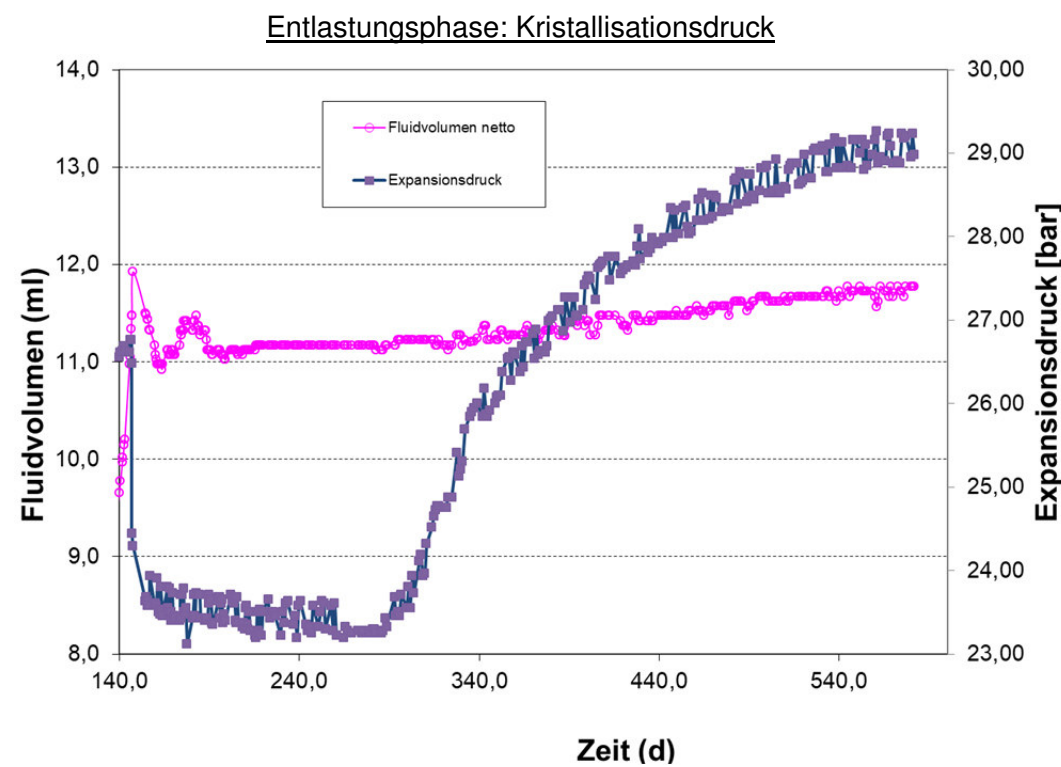
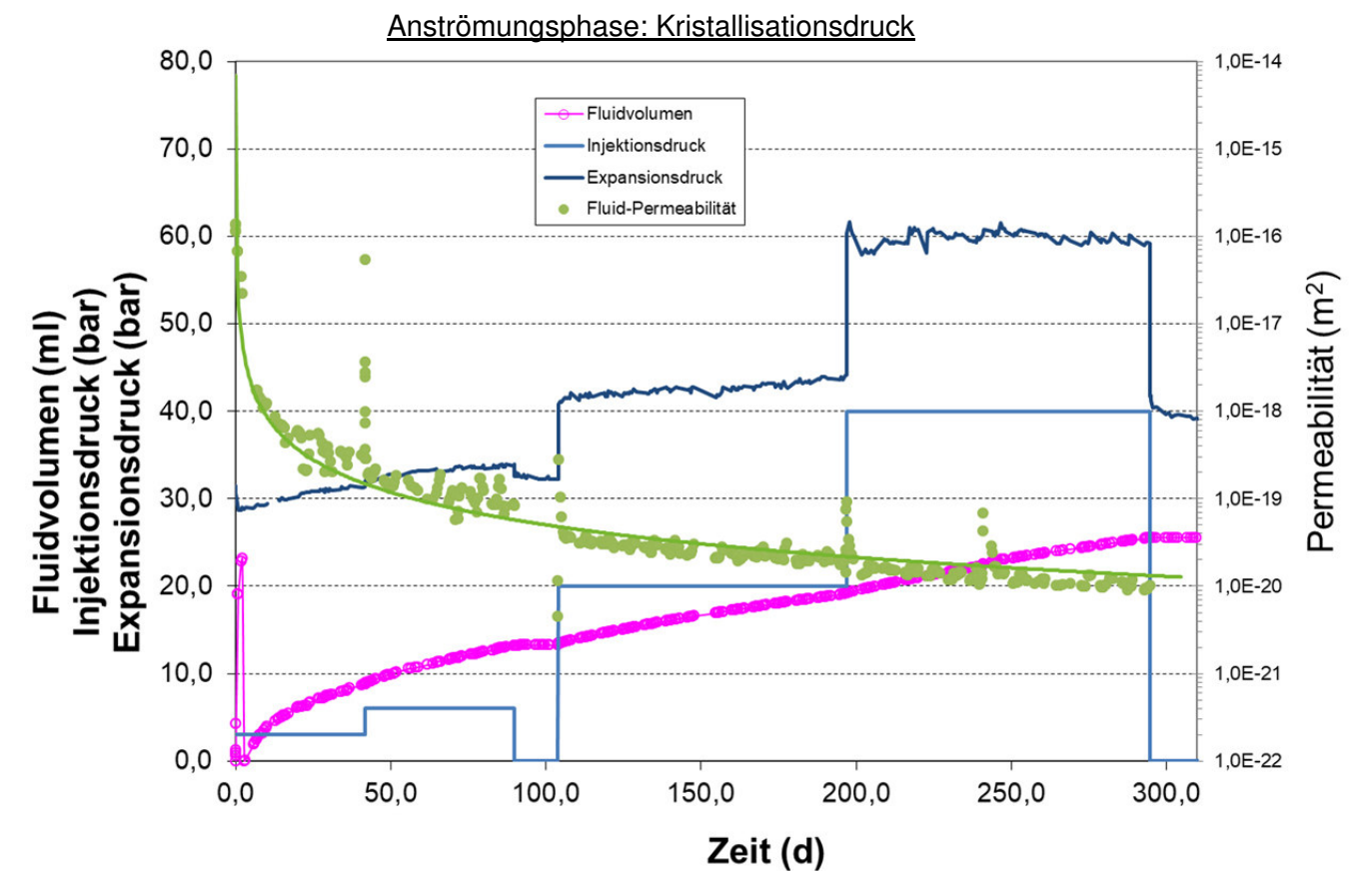
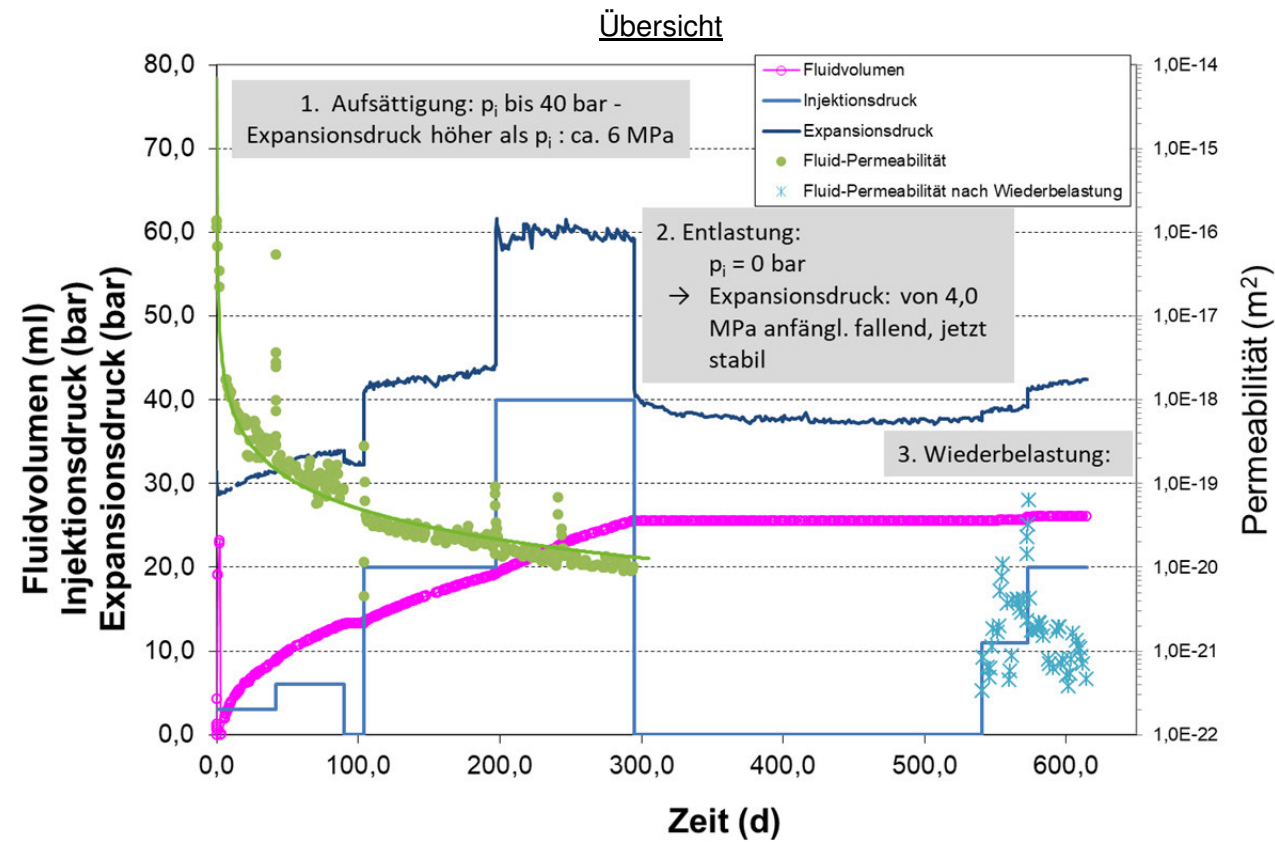
Anströmungsphase: Kristallisationsdruck



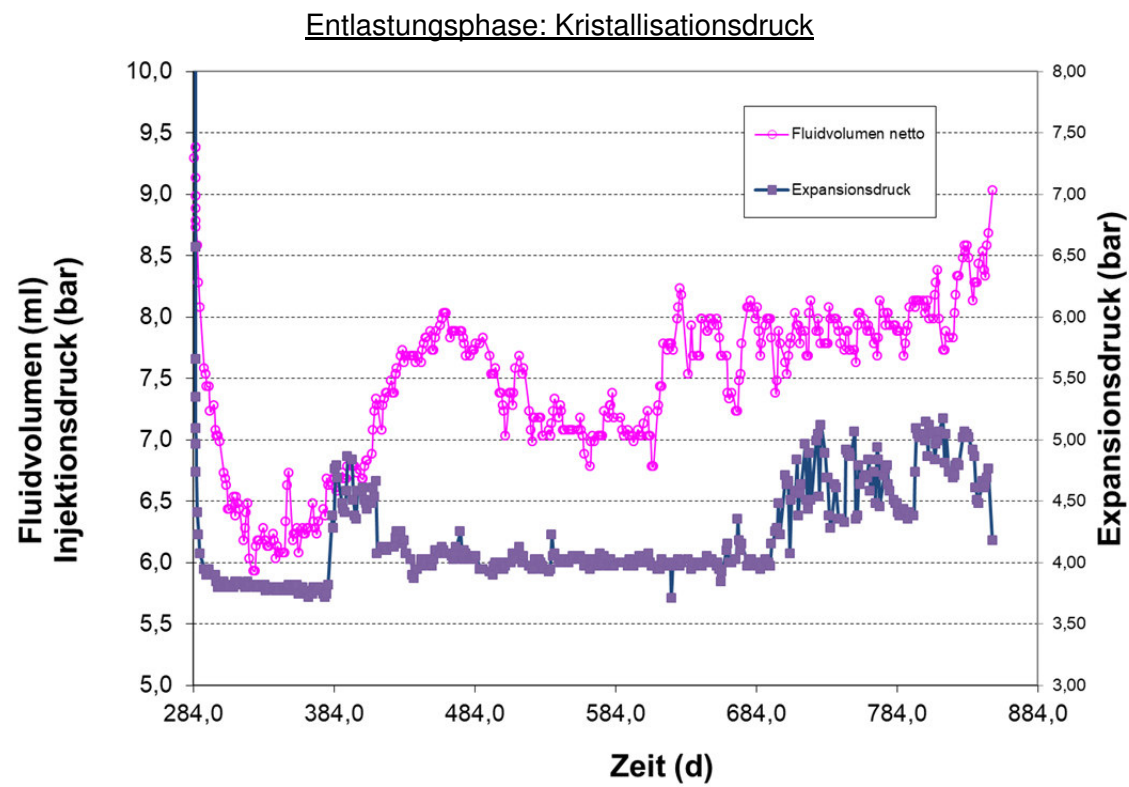
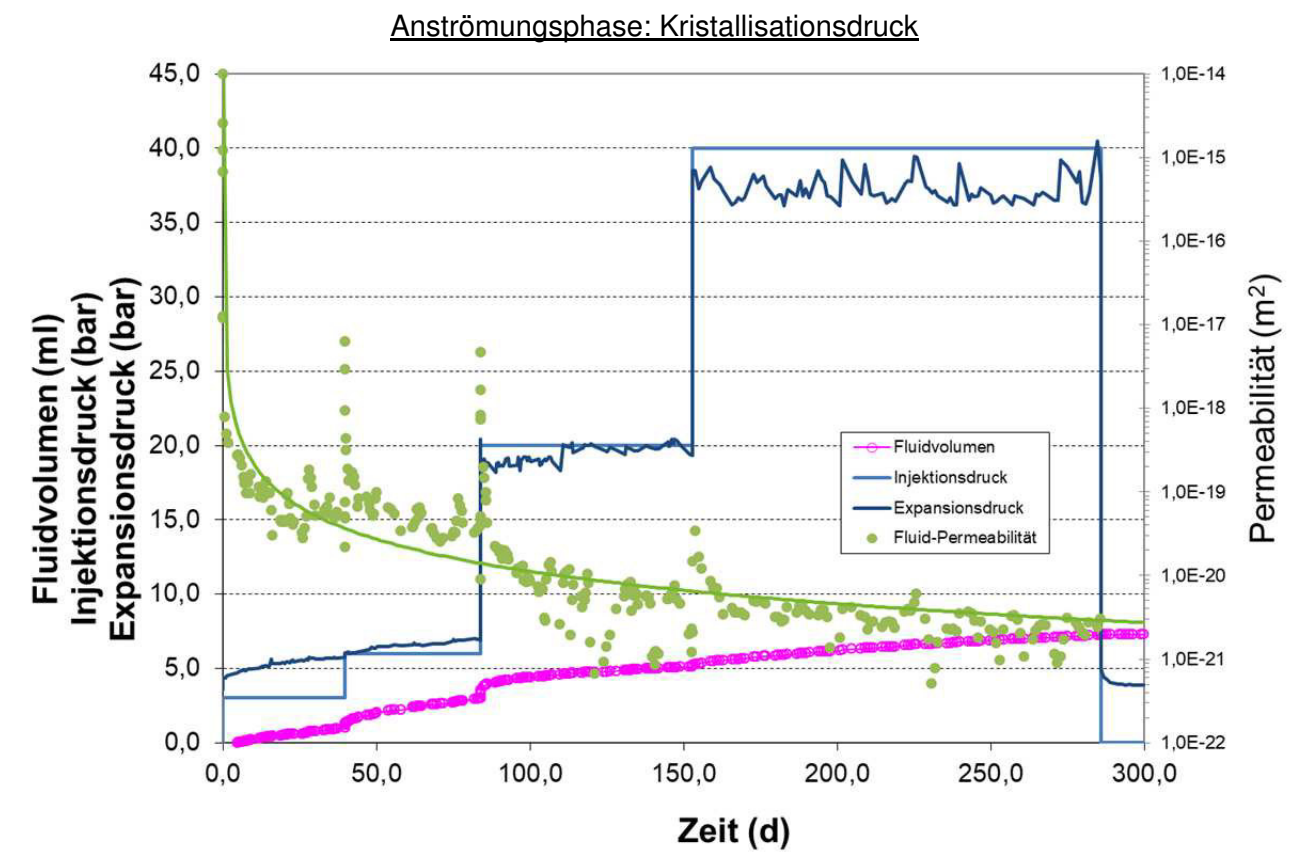
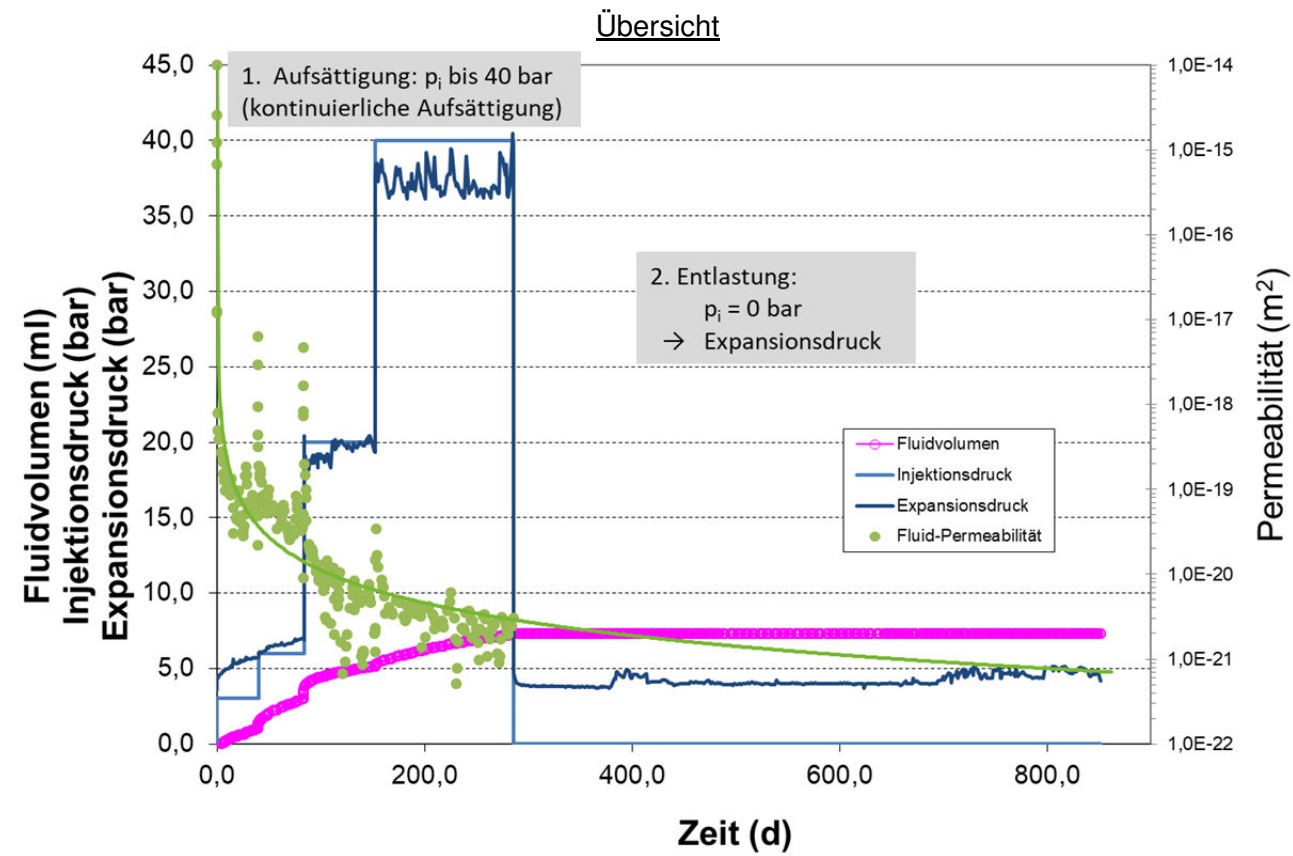
Entlastungsphase: Kristallisationsdruck



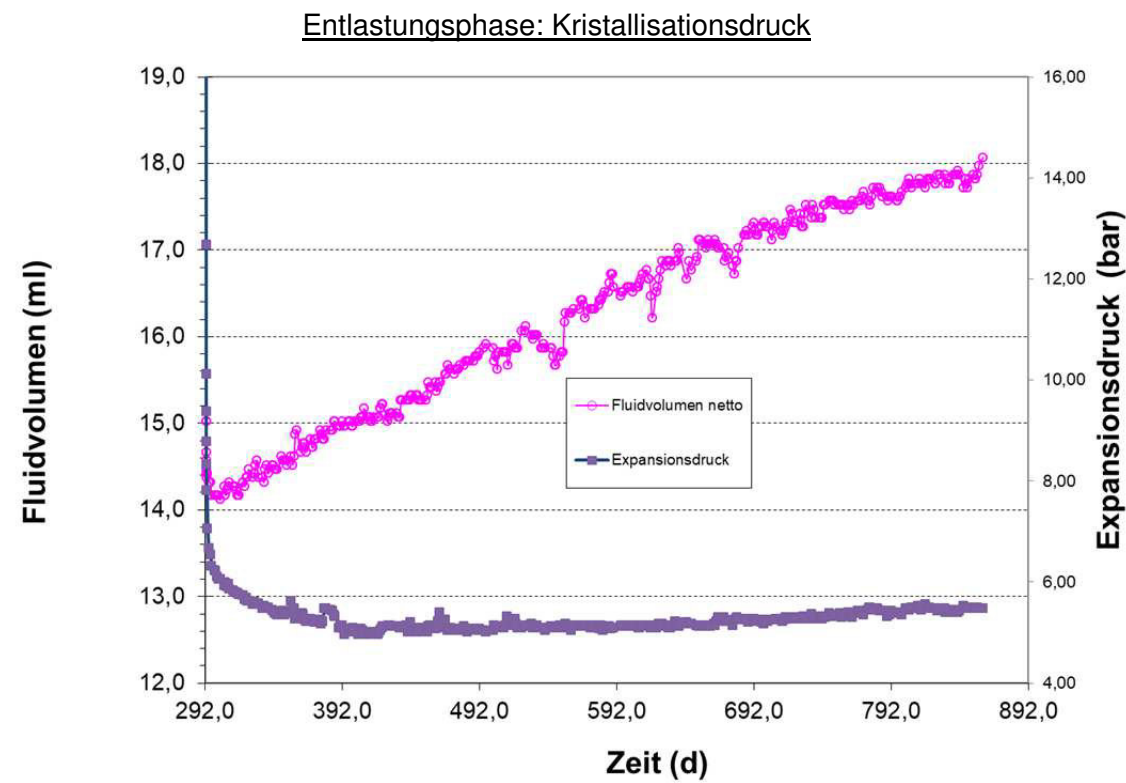
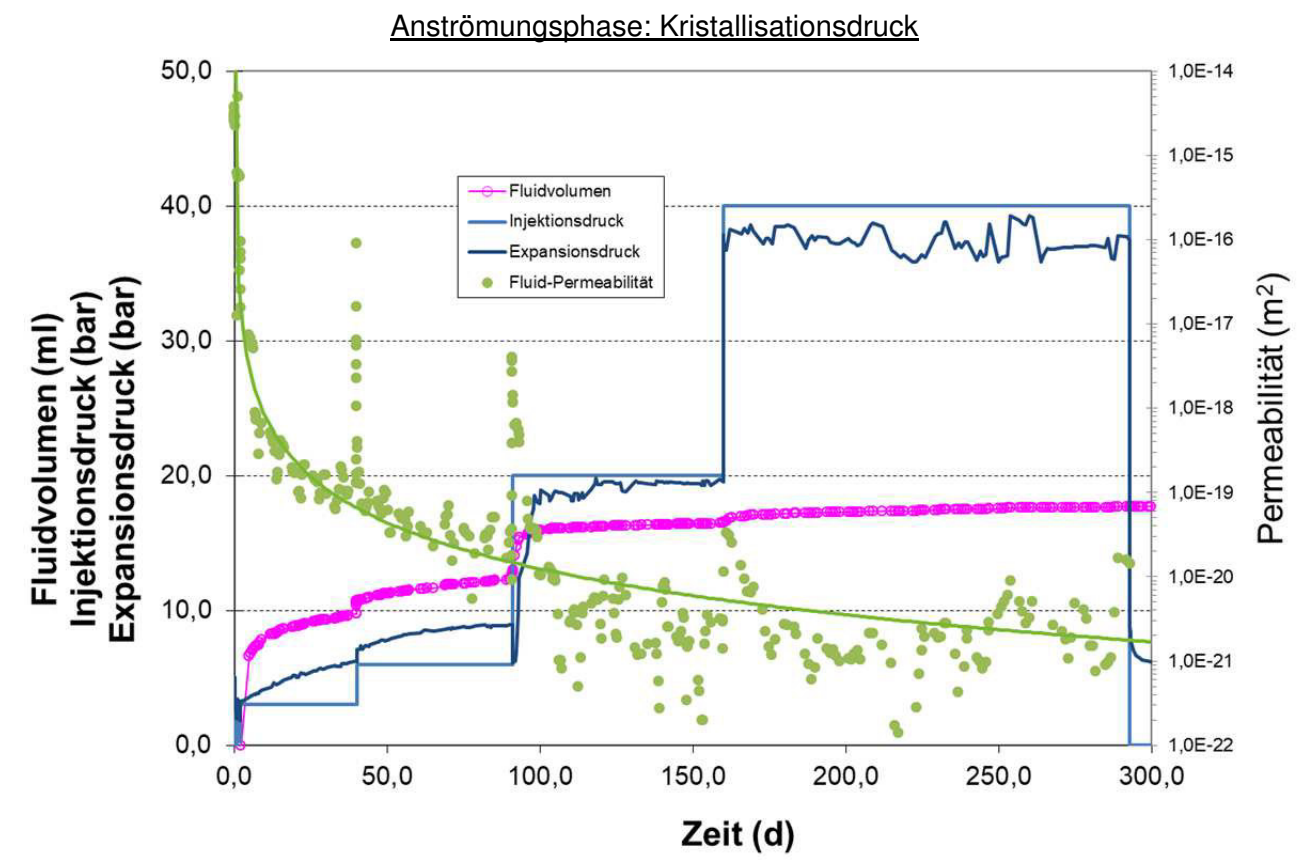
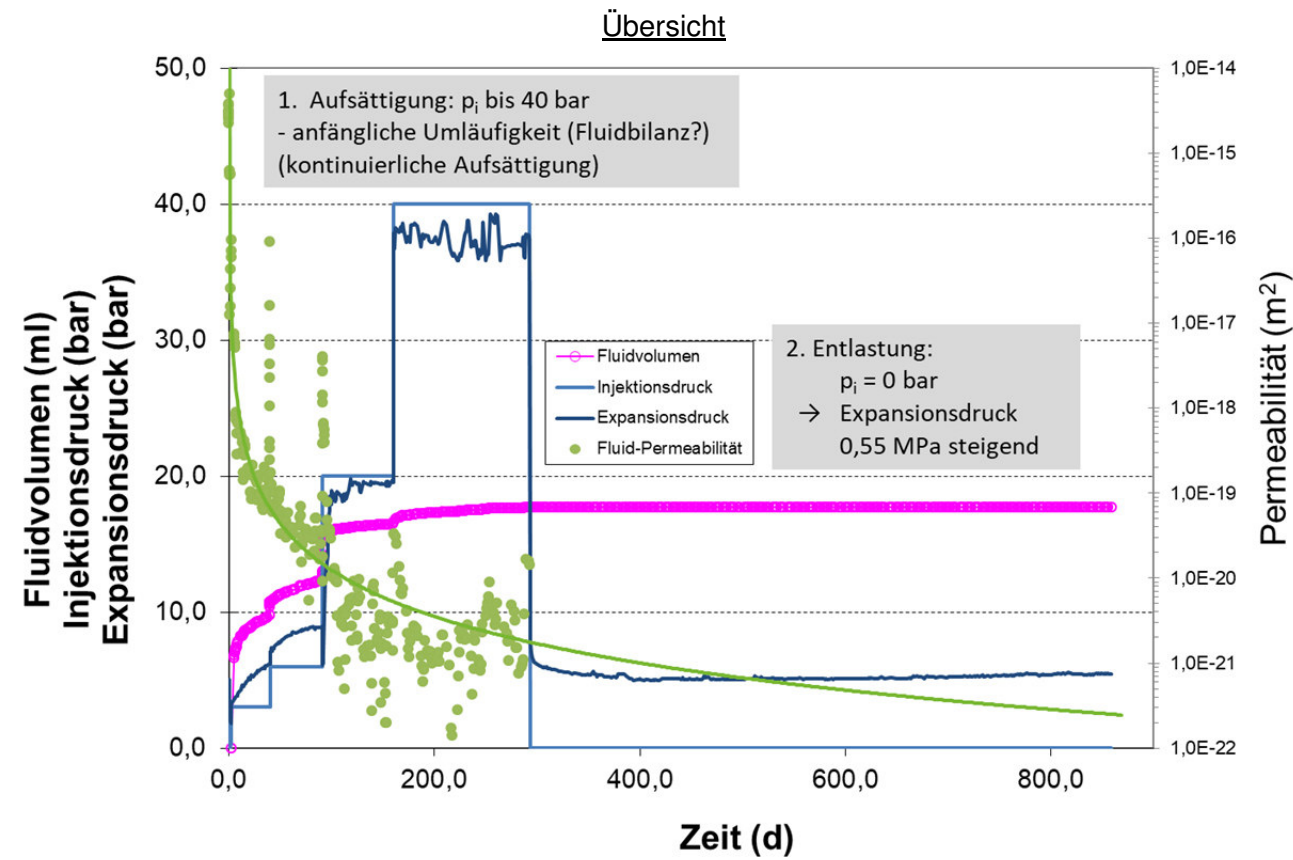
Anhang 5.9: Probe TZF 120-182d-LZ-615d



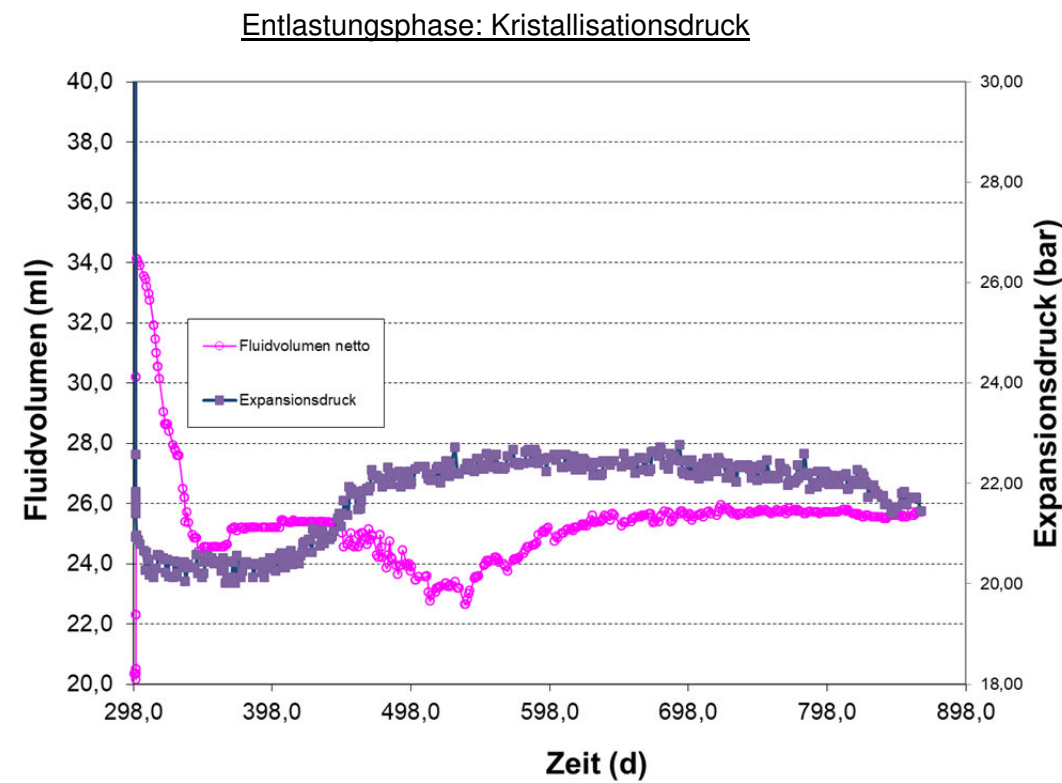
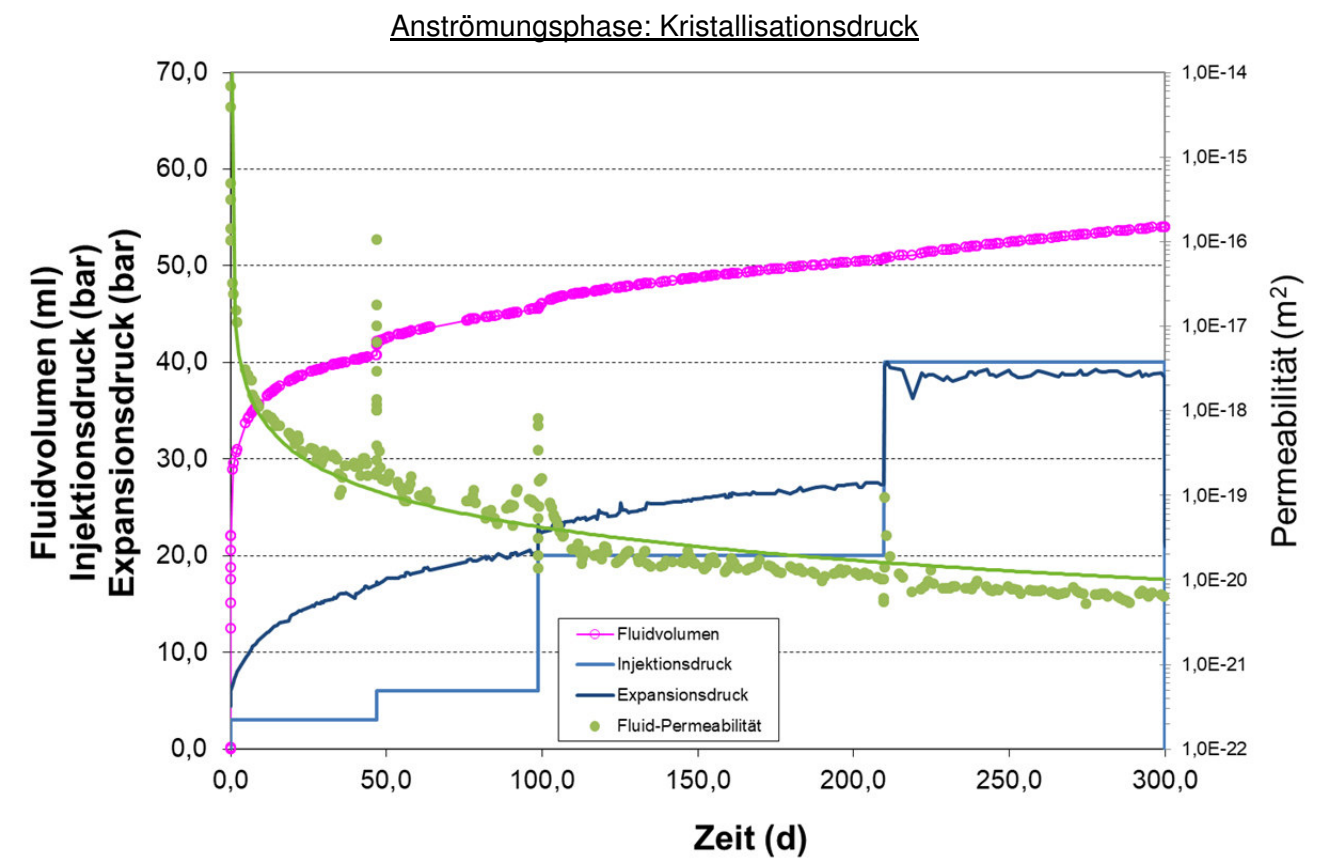
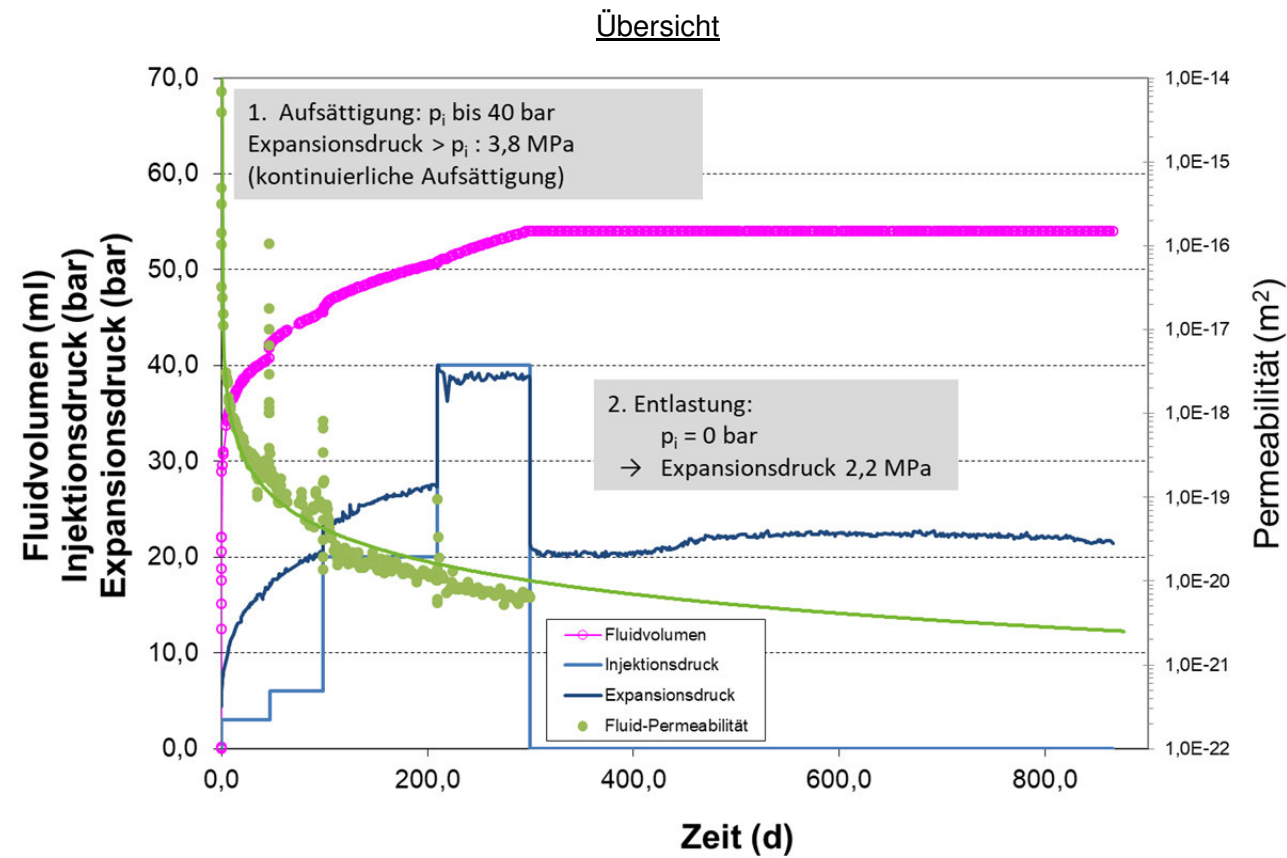
Anhang 5.10: Probe TZF 60-365d-LZ-852d



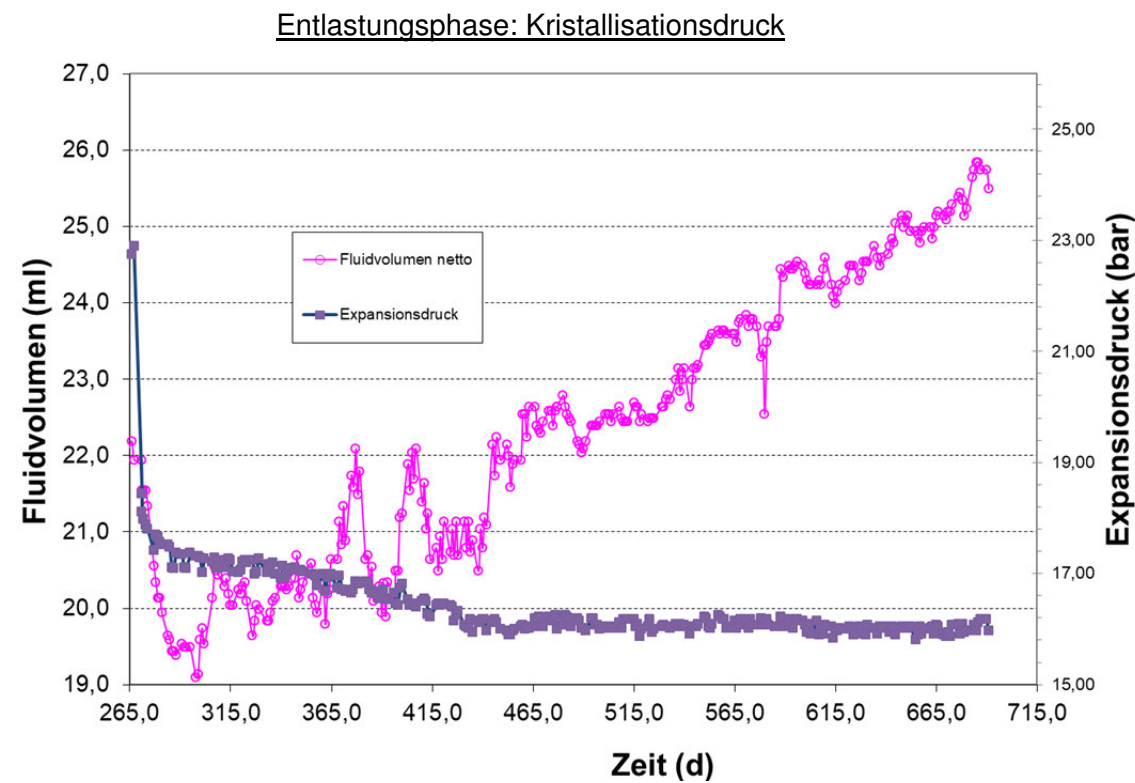
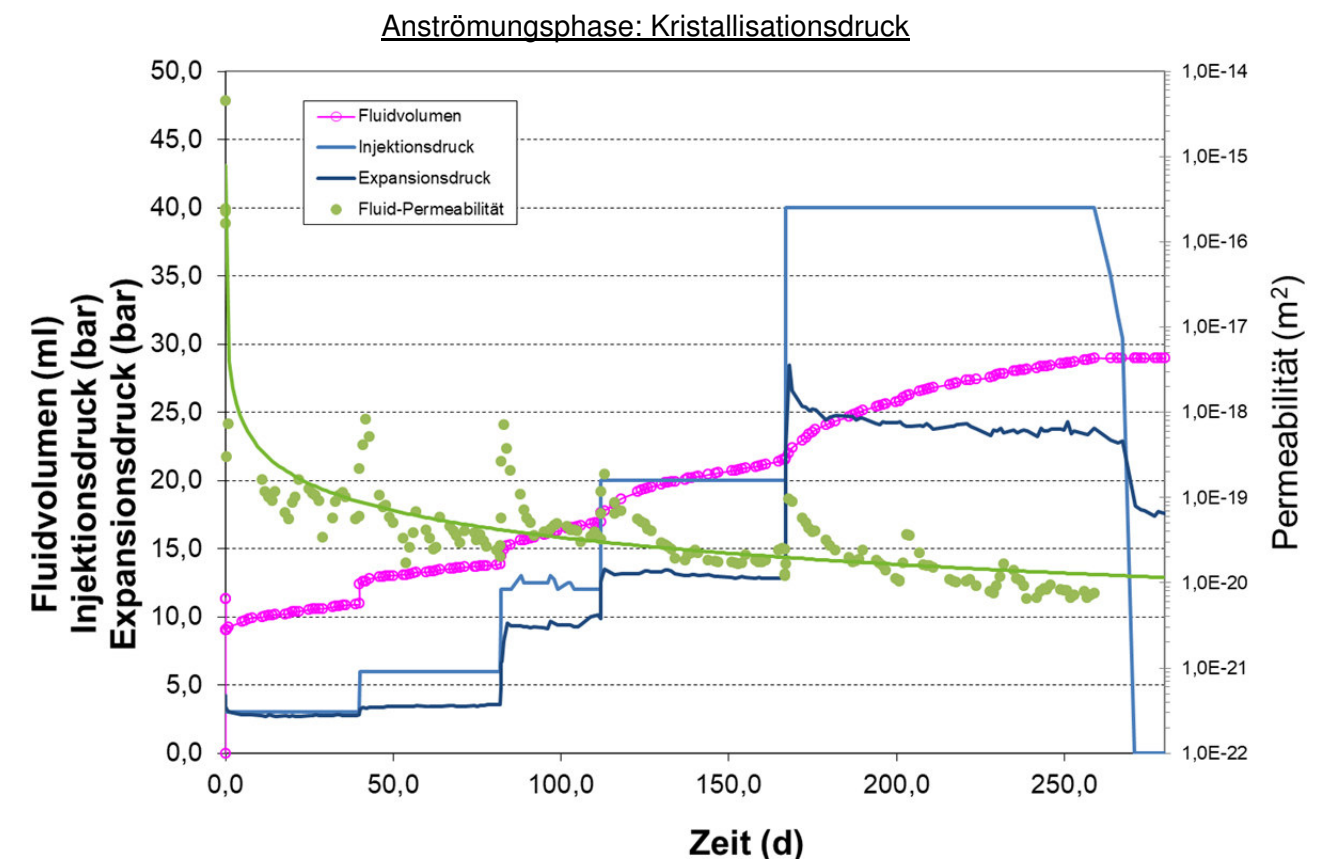
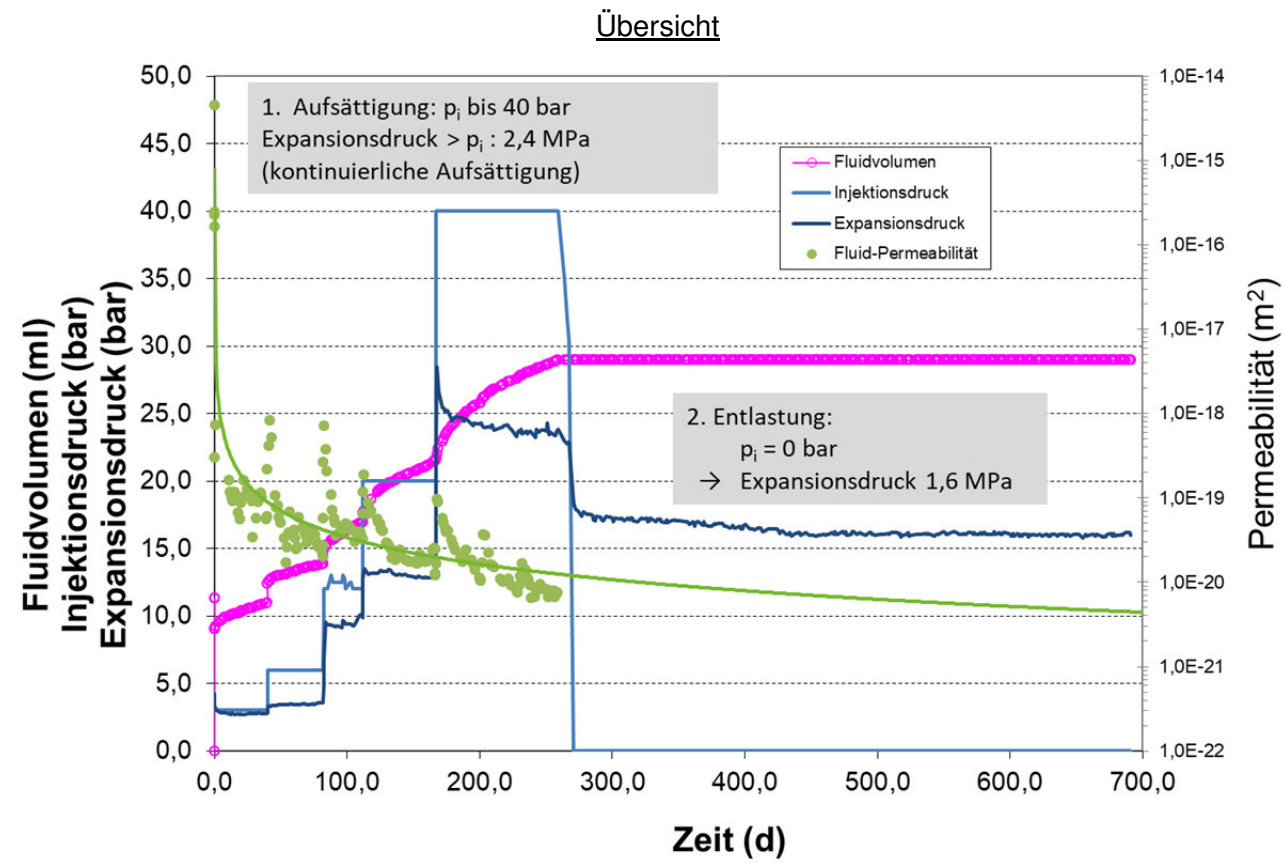
Anhang 5.11: Probe TZF 90-365d-LZ-859d



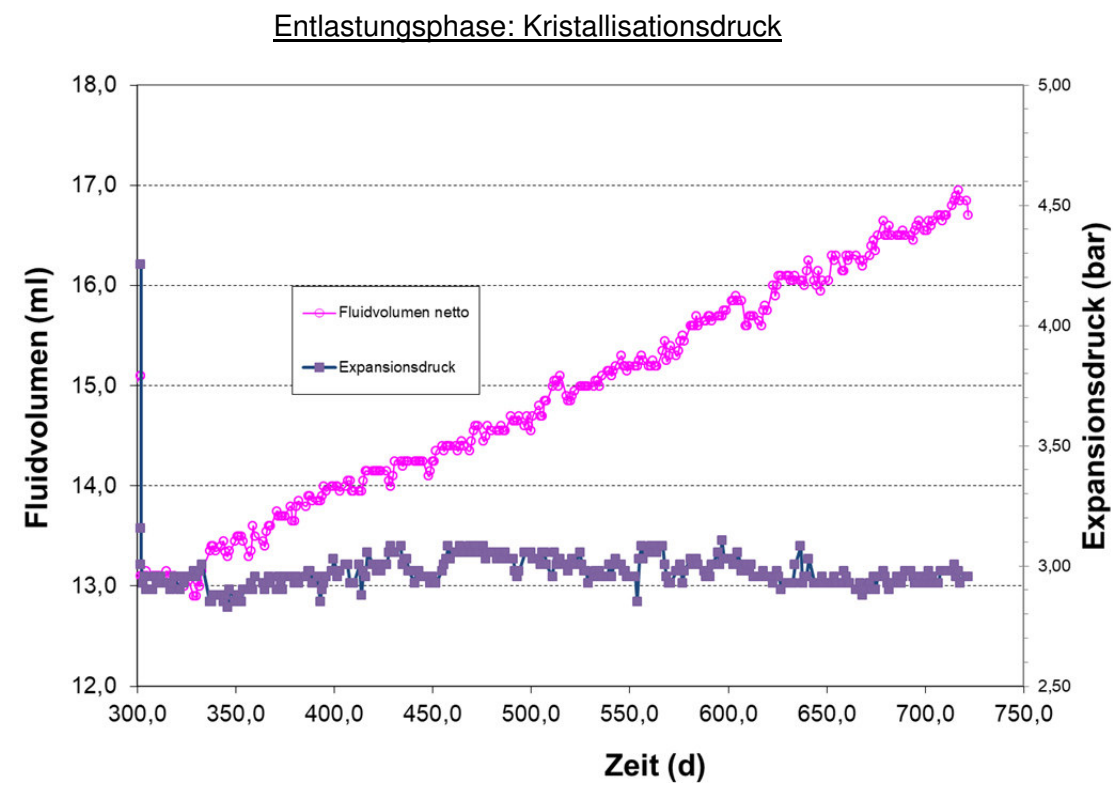
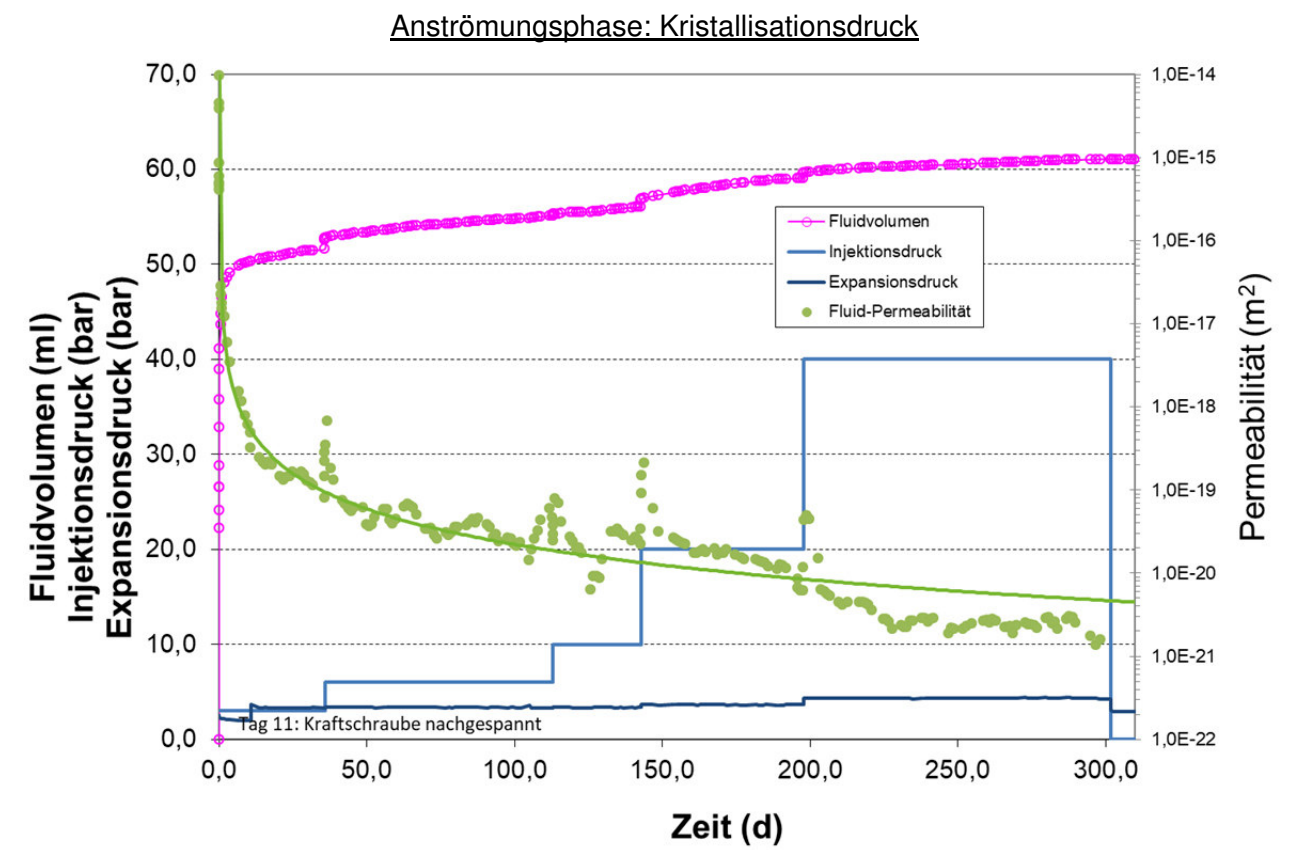
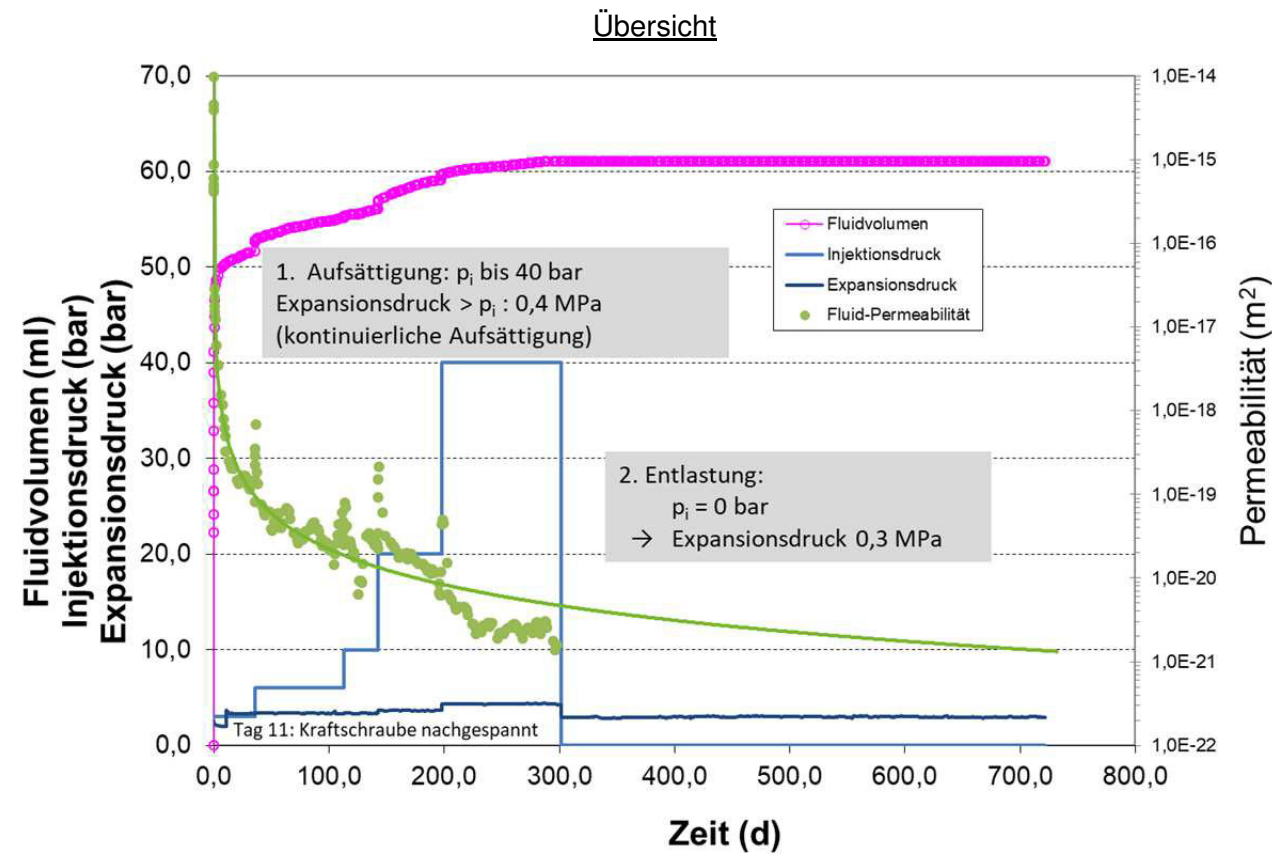
Anhang 5.12: Probe TZF 120-365d-LZ-866d



Anhang 5.13: Probe TZF 60-730d-LZ-691d

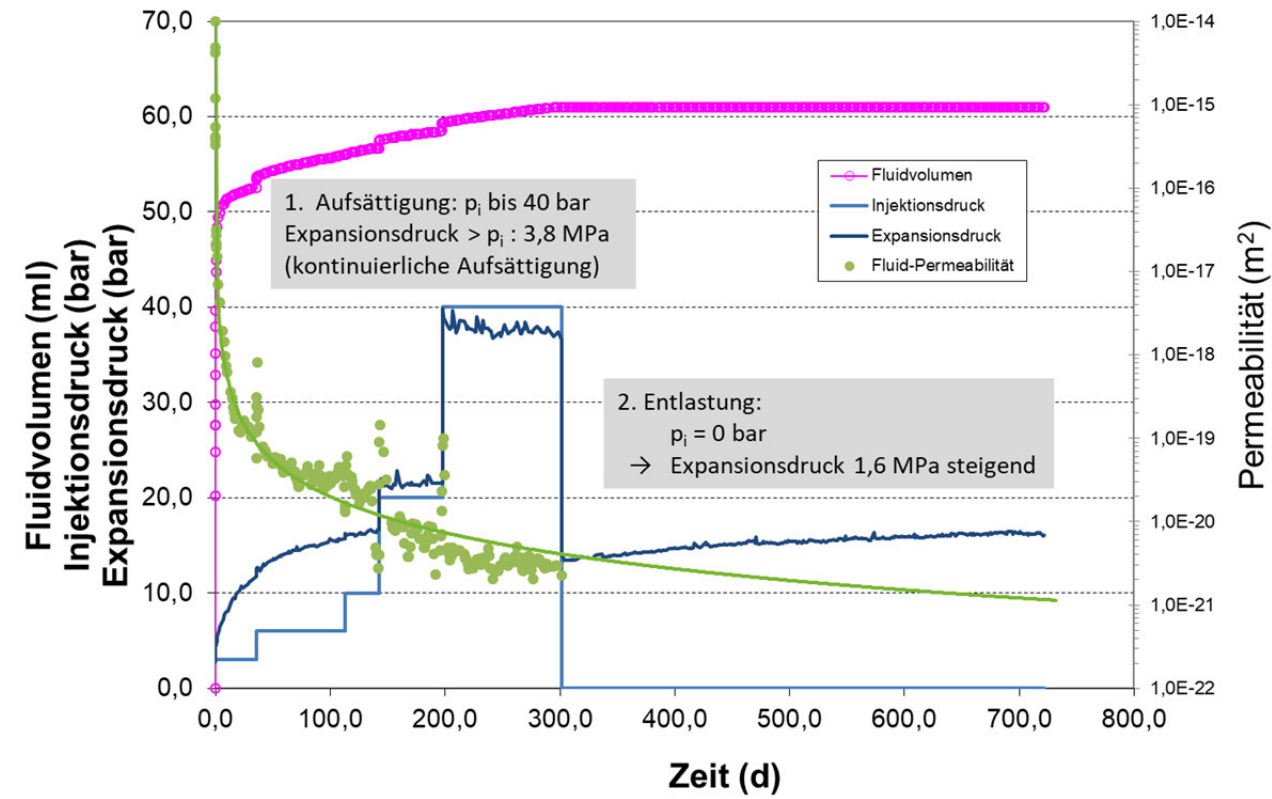


Anhang 5.14: Probe TZF 90-730d-LZ-722d

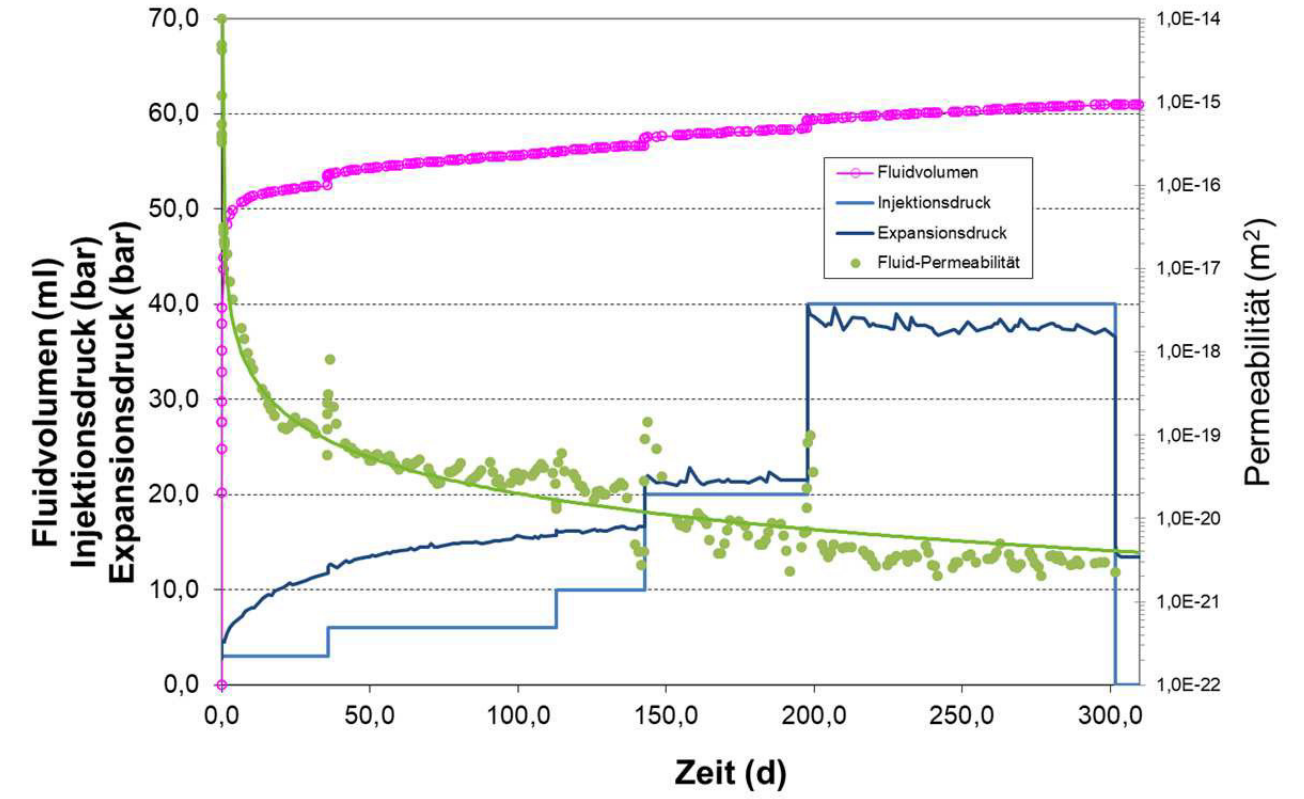


Anhang 5.15: Probe TZF 120-730d-LZ-722d

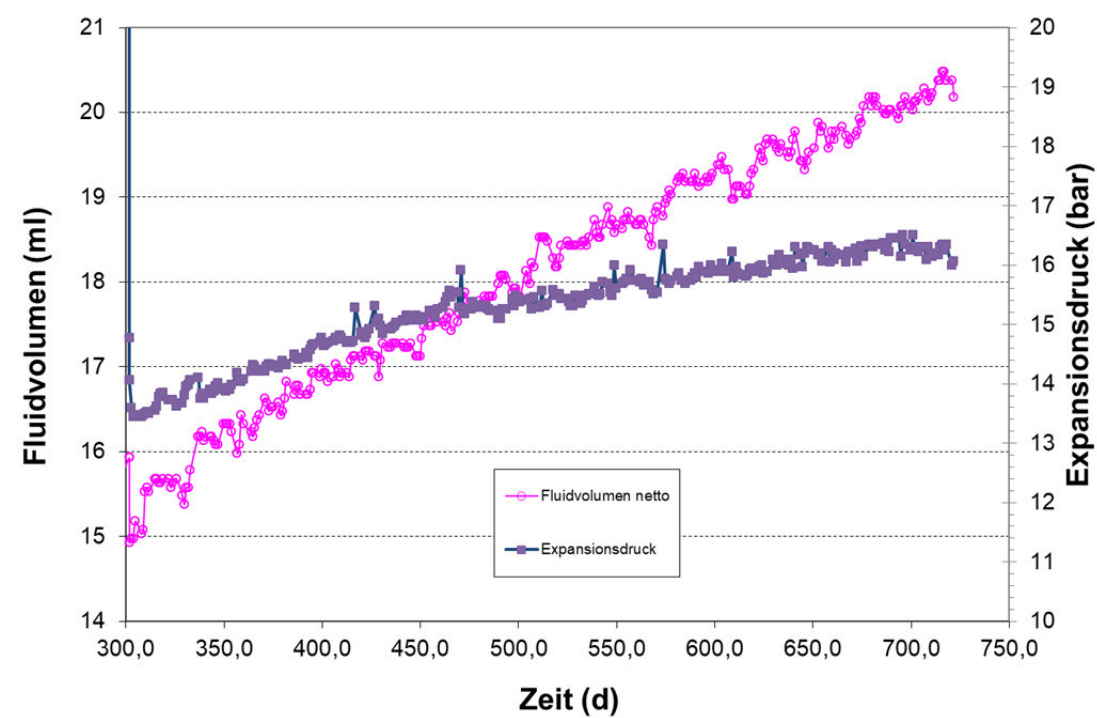
Übersicht



Anströmungsphase: Kristallisationsdruck



Entlastungsphase: Kristallisationsdruck

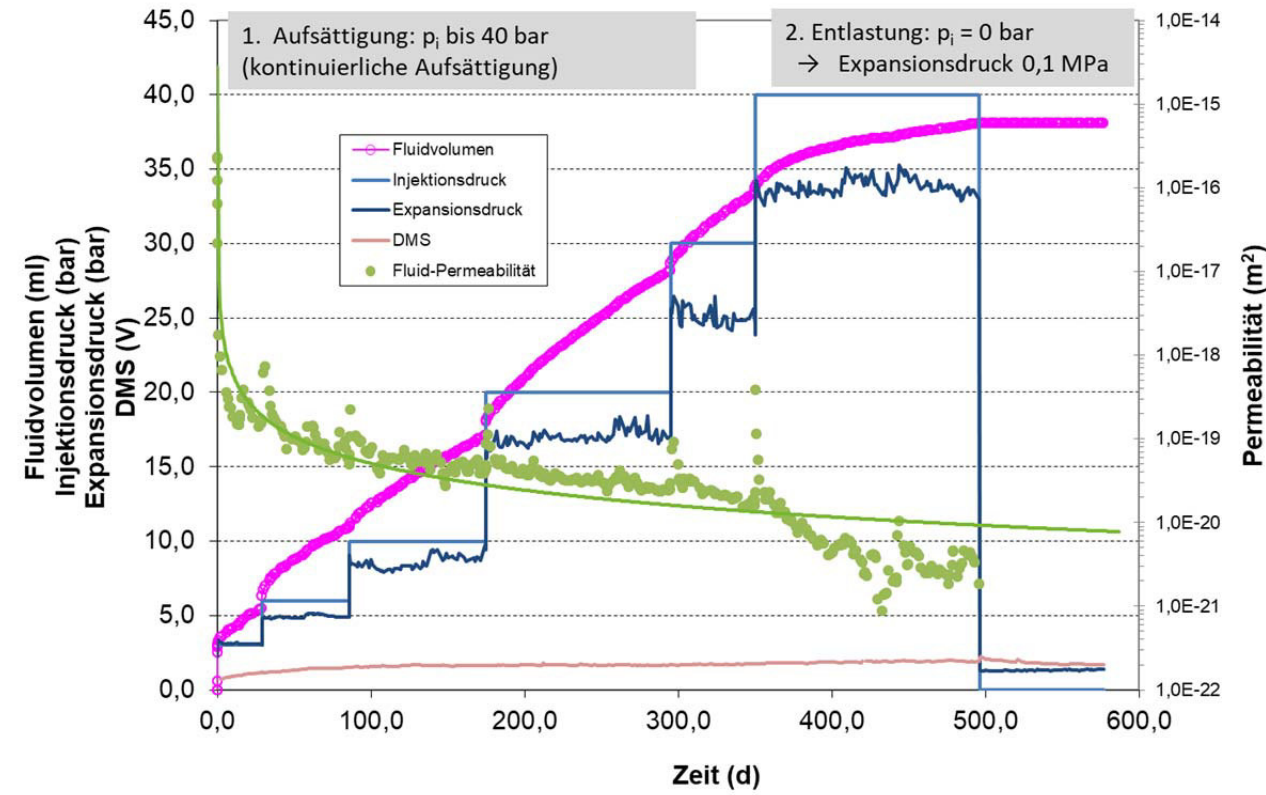




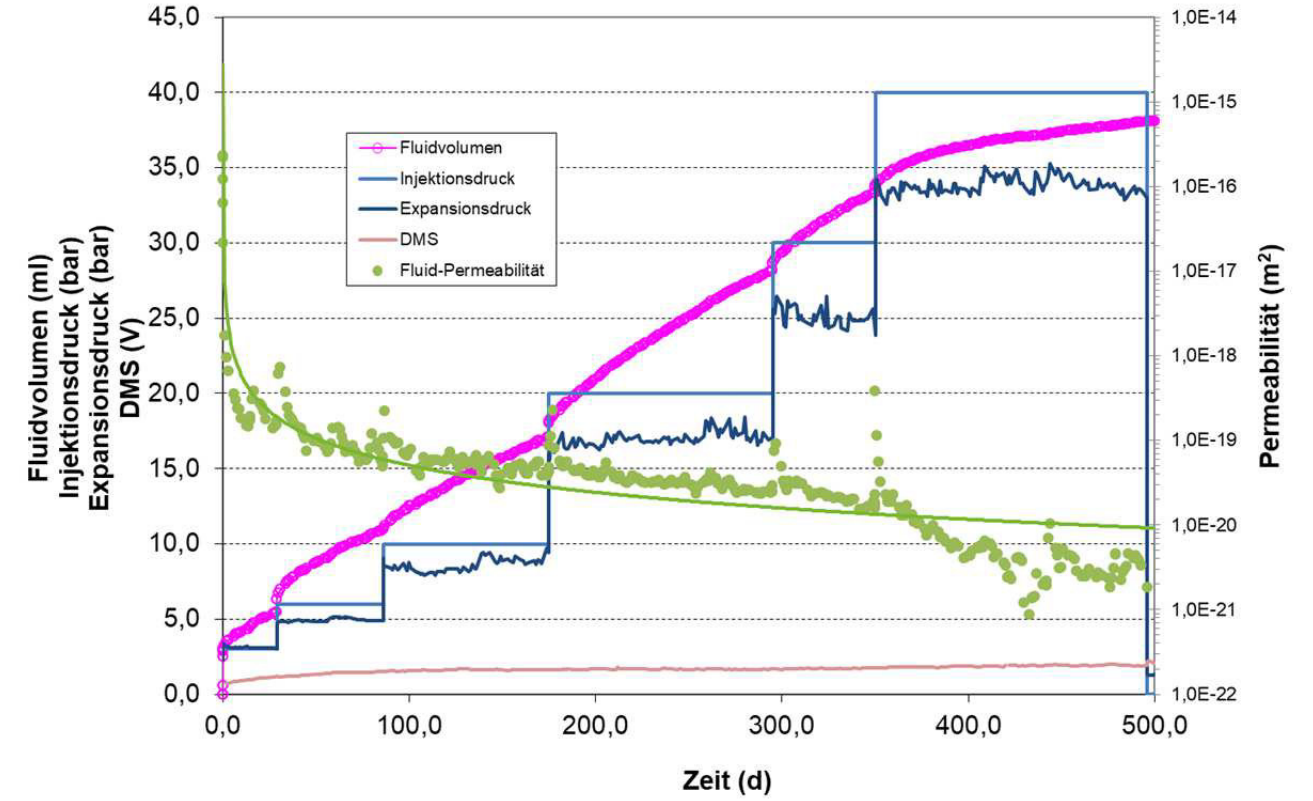
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 202 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Anhang 5.16: Probe TZF 60-1095d-LZ-577d

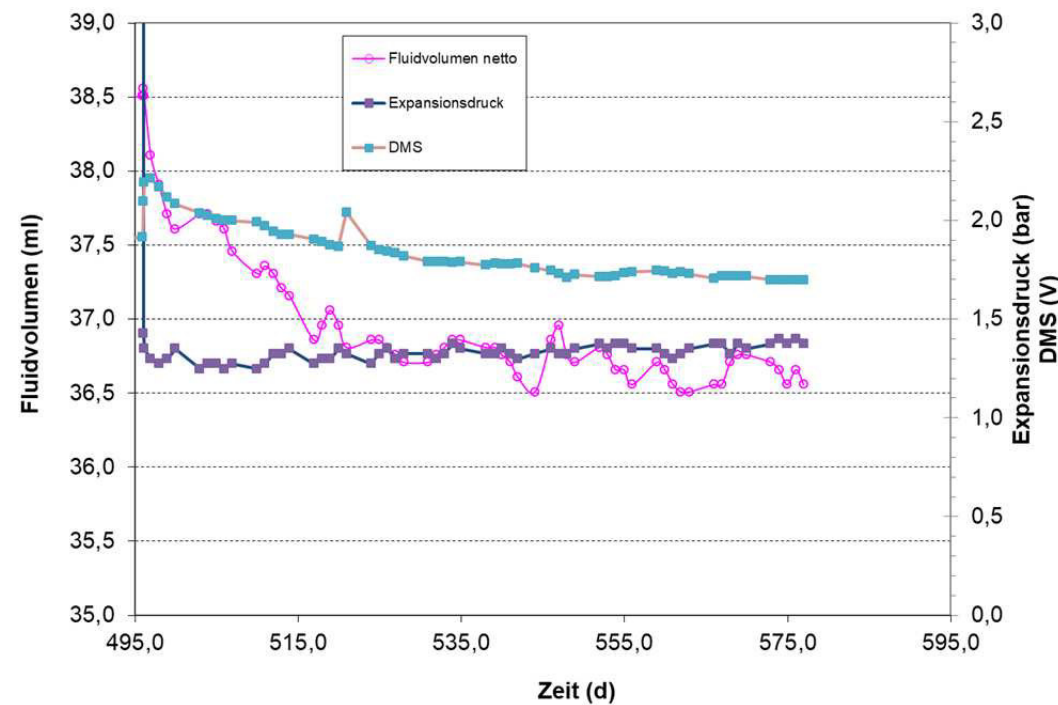
Übersicht



Anströmungsphase: Kristallisationsdruck



Entlastungsphase: Kristallisationsdruck

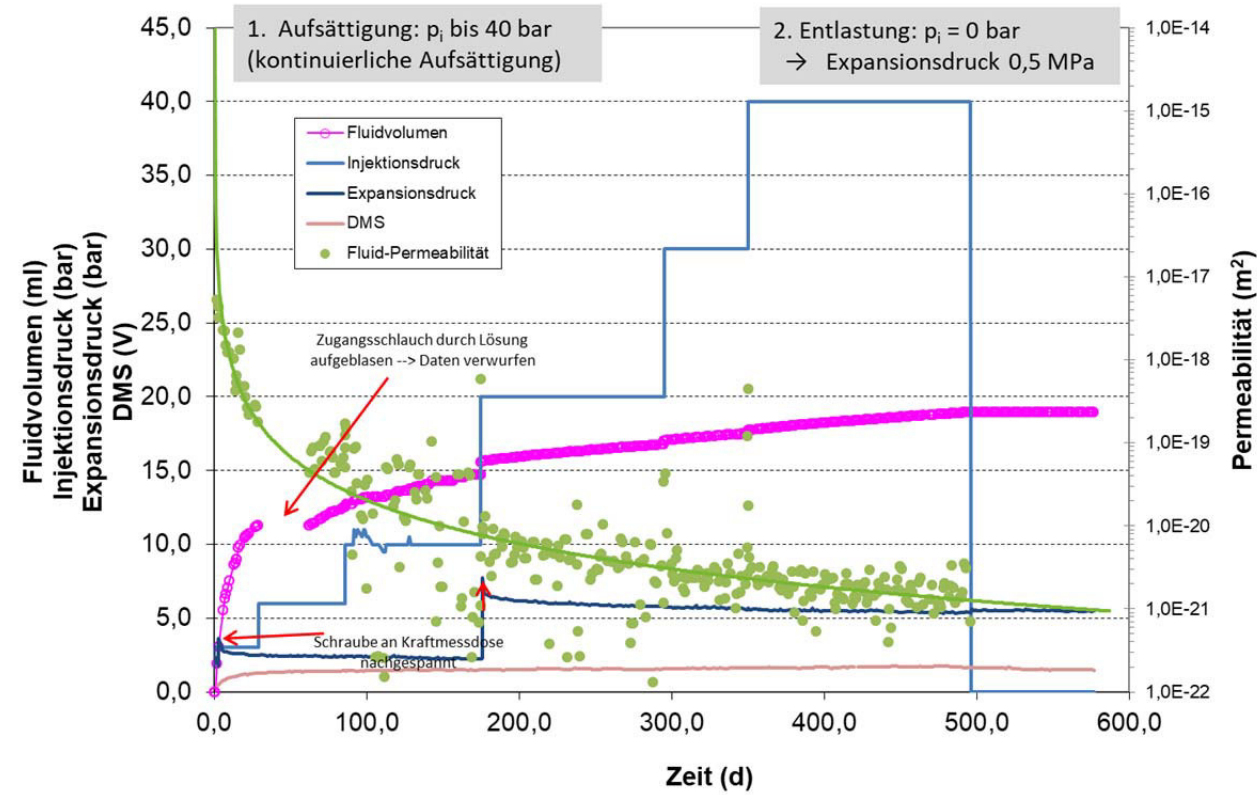




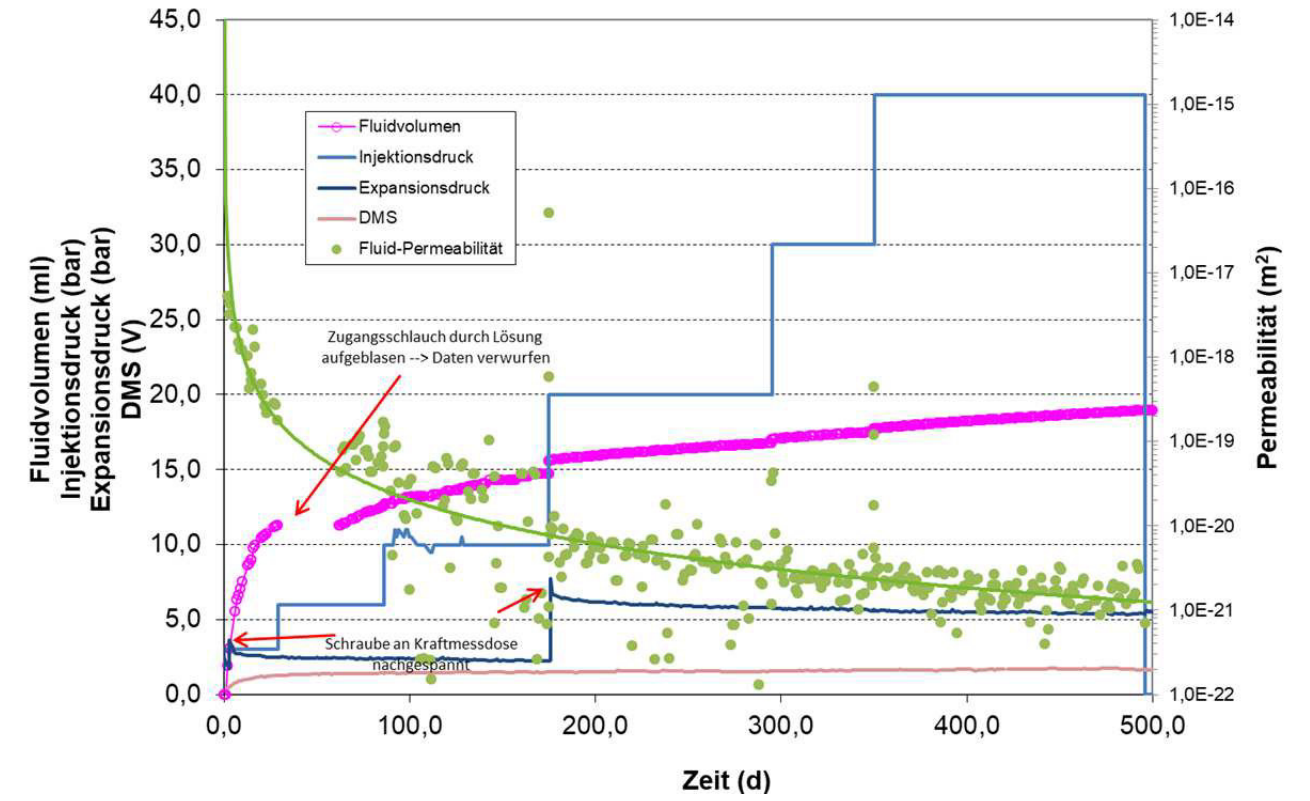
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 203 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Anhang 5.17: Probe TZF 90-1095d-LZ-577d

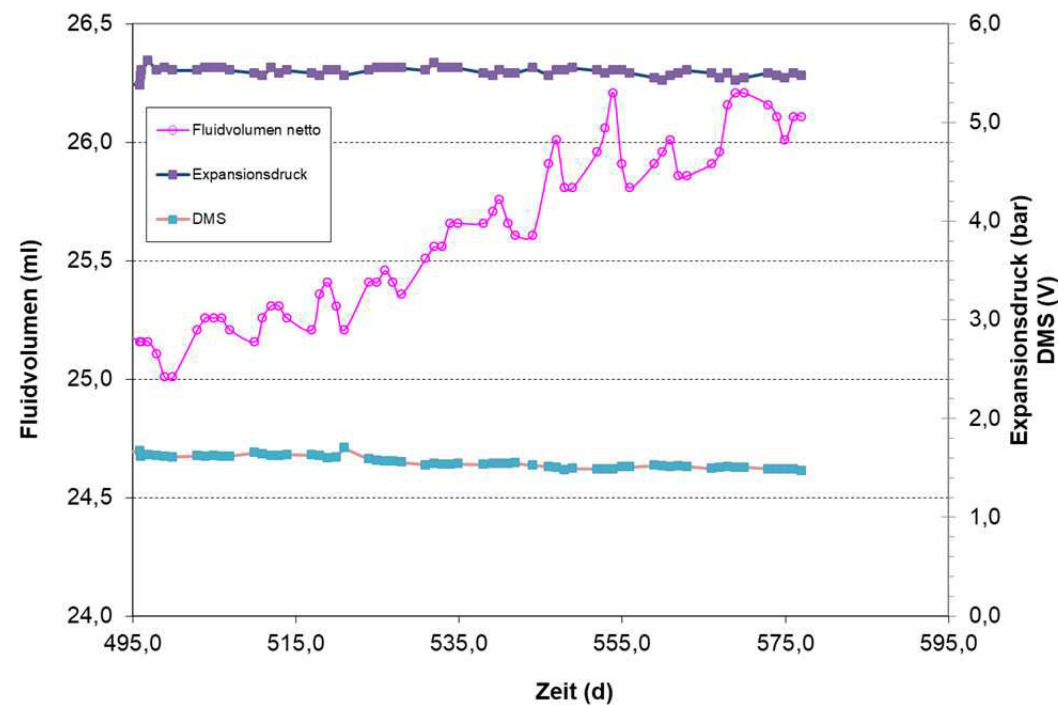
Übersicht



Anströmungsphase: Kristallisationsdruck



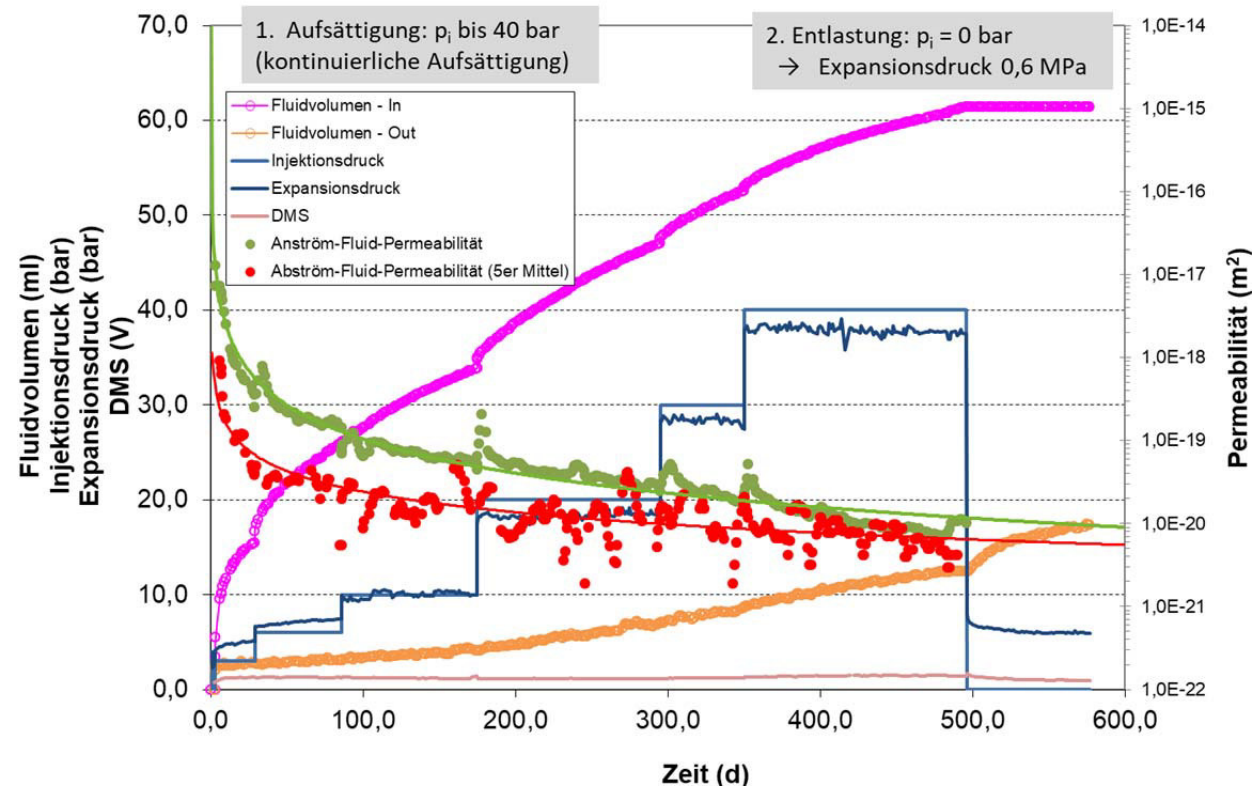
Entlastungsphase: Kristallisationsdruck



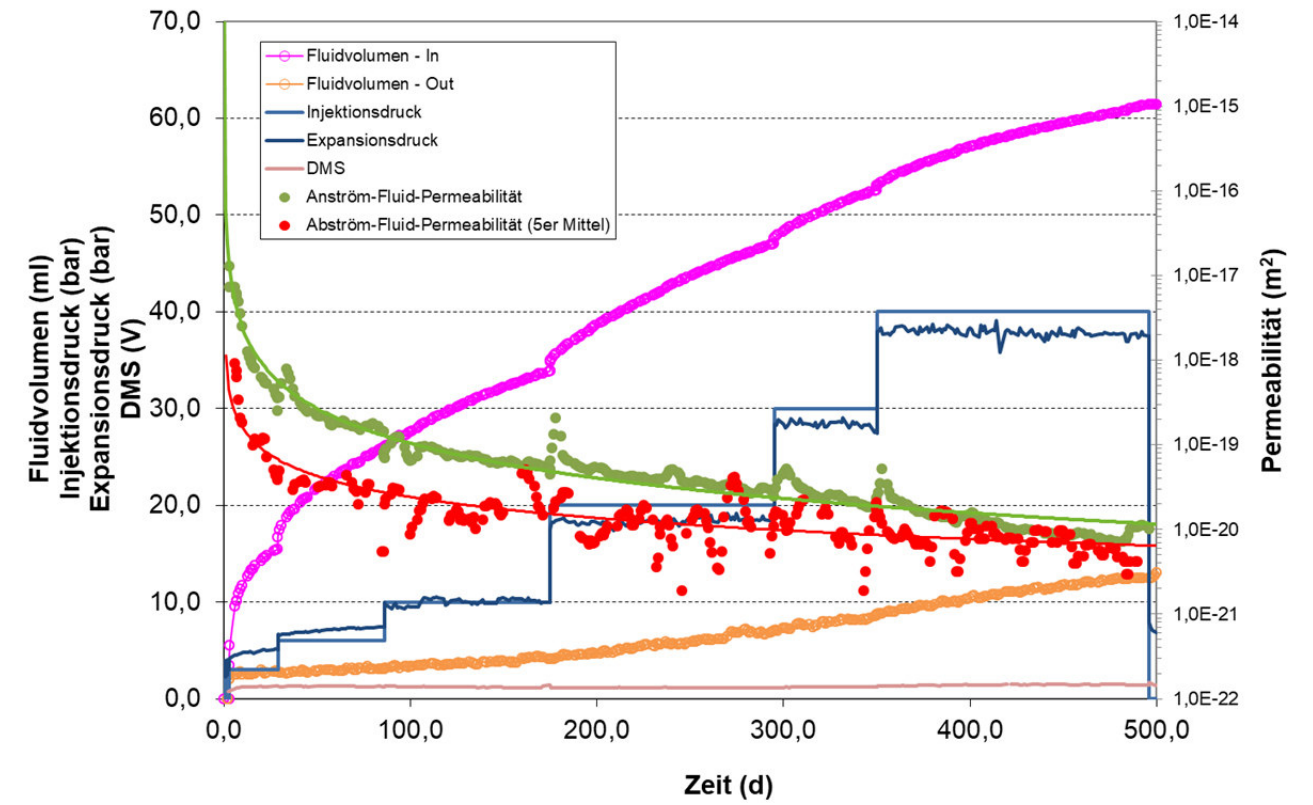
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 204 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018

Anhang 5.18: Probe TZF 120-1095d-LZ-577d

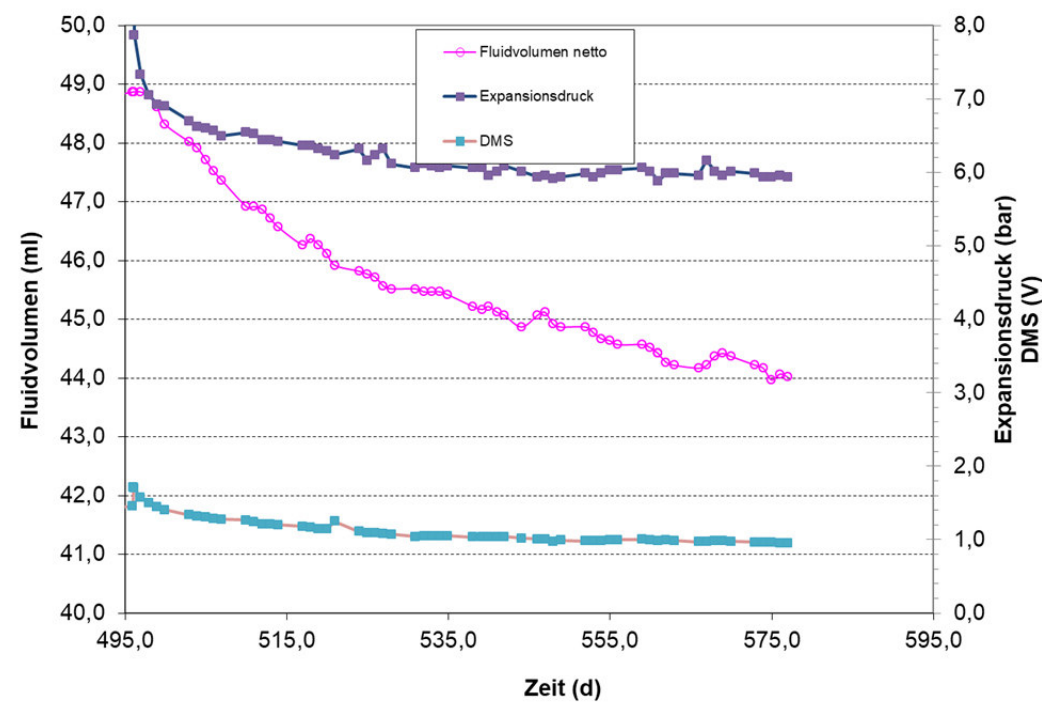
Übersicht



Anströmungsphase: Kristallisationsdruck



Entlastungsphase: Kristallisationsdruck

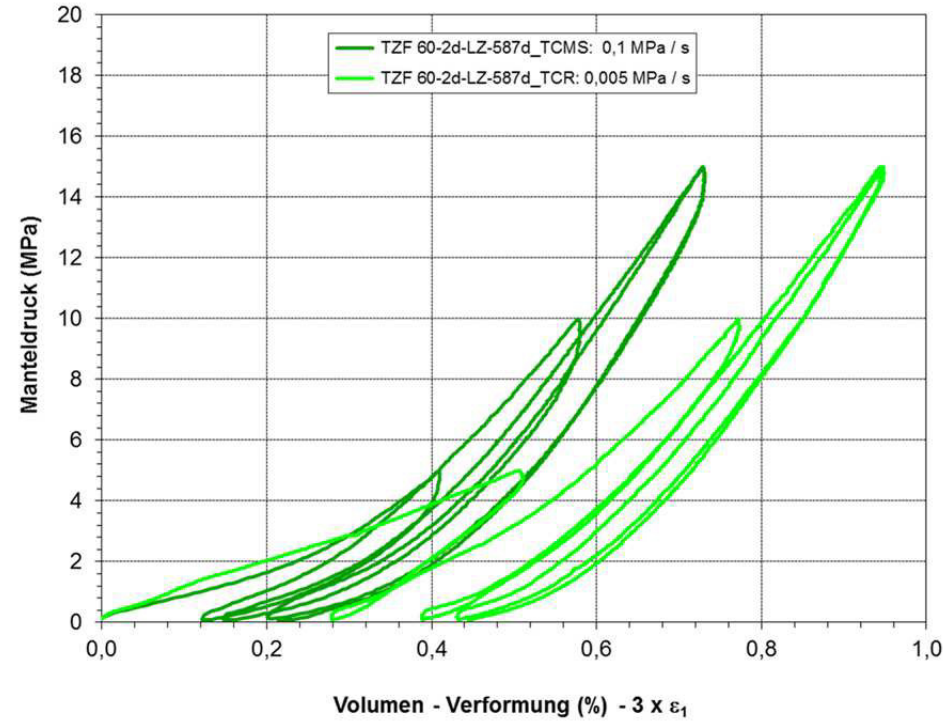


ANHANG 6:

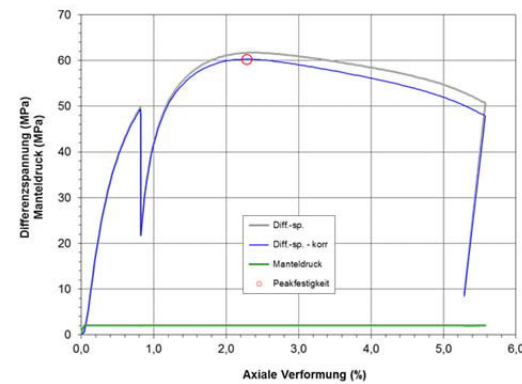
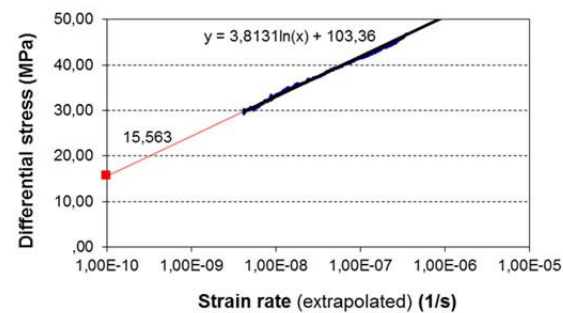
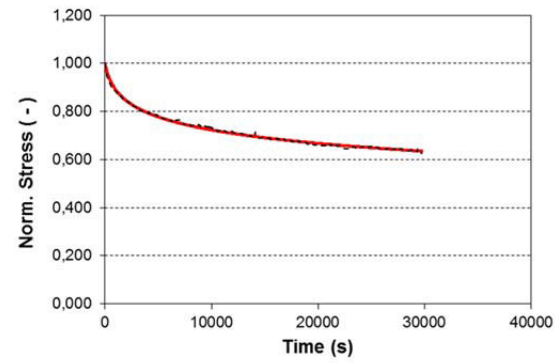
Dokumentation der geomechanischen Versuche des Untersuchungsfeldes 2

Anhang 6.1: Probe TZF 60-2d-LZ-587d

Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen

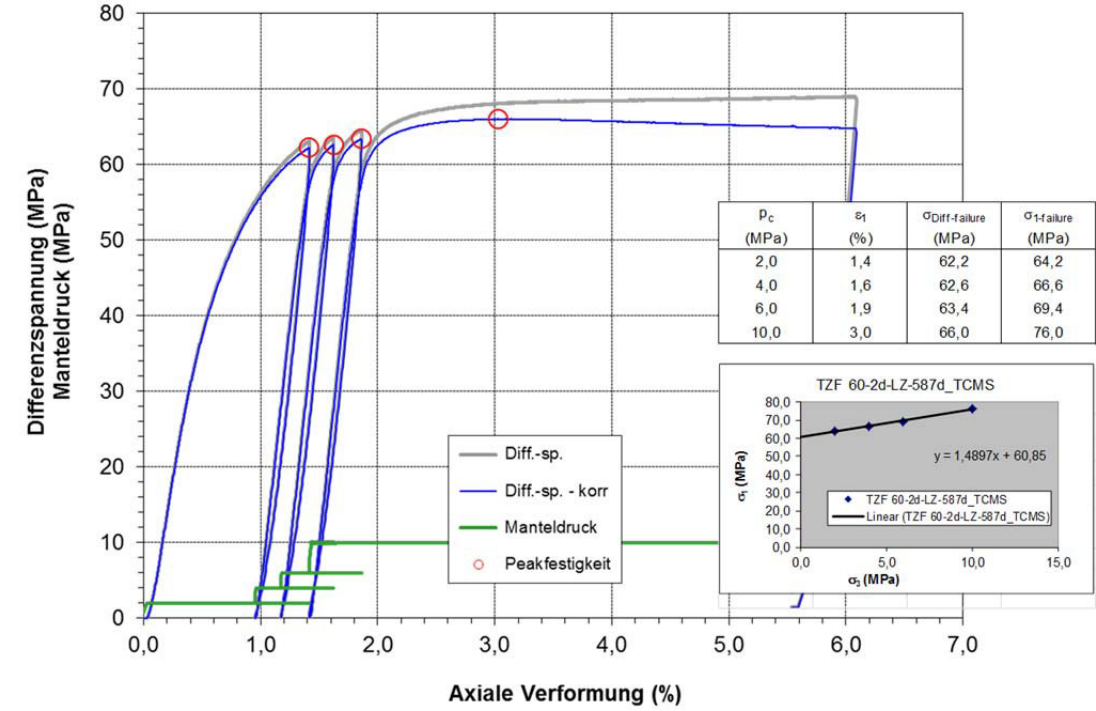


Relaxationsversuch

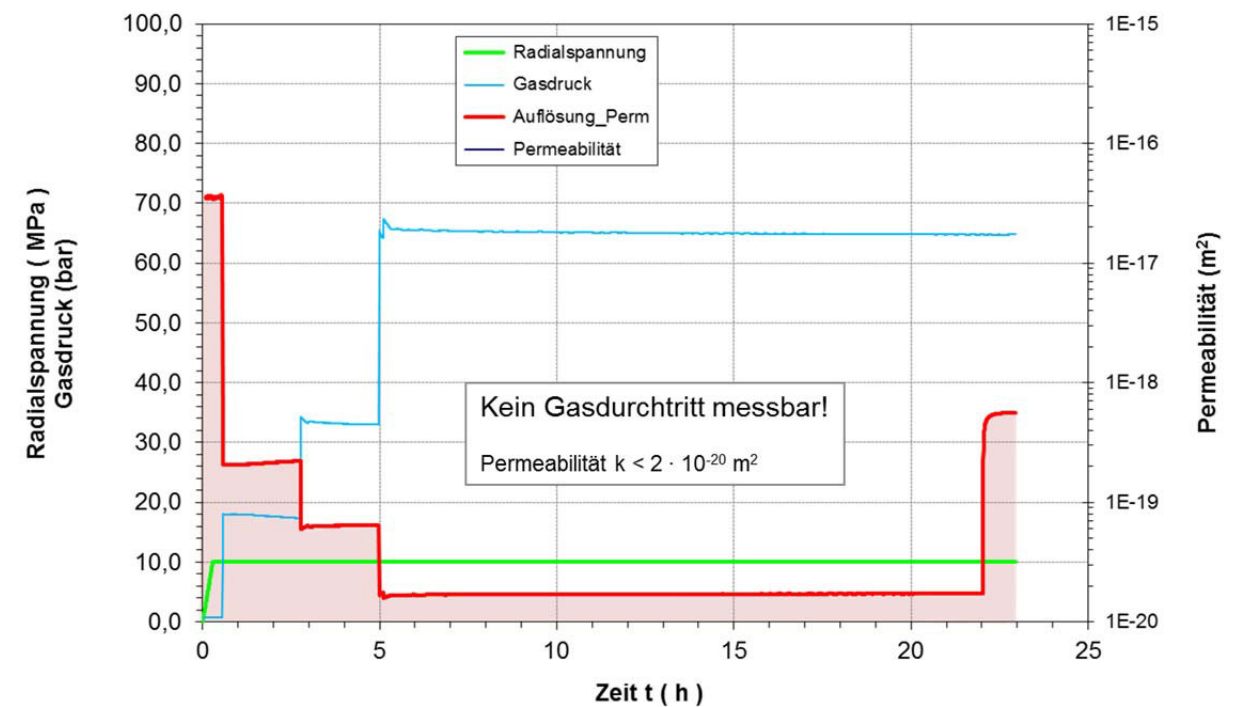


						Schachanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1	
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 205 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	Stand: 10.08.2018	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

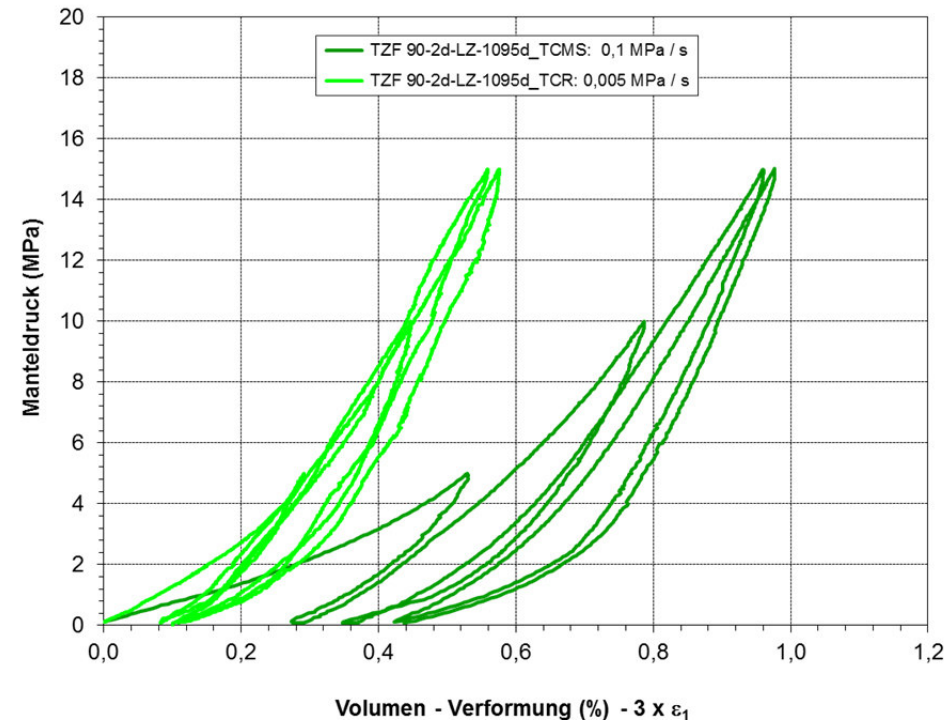




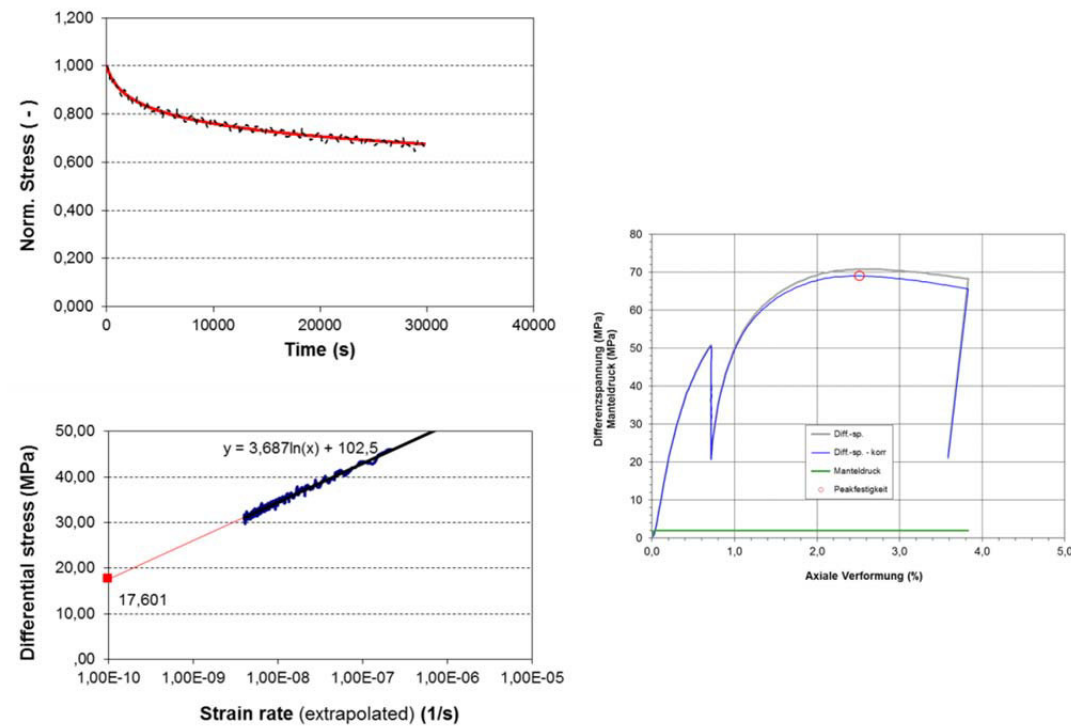
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 206 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 6.2: Probe TZF 90-2d-LZ-1095d

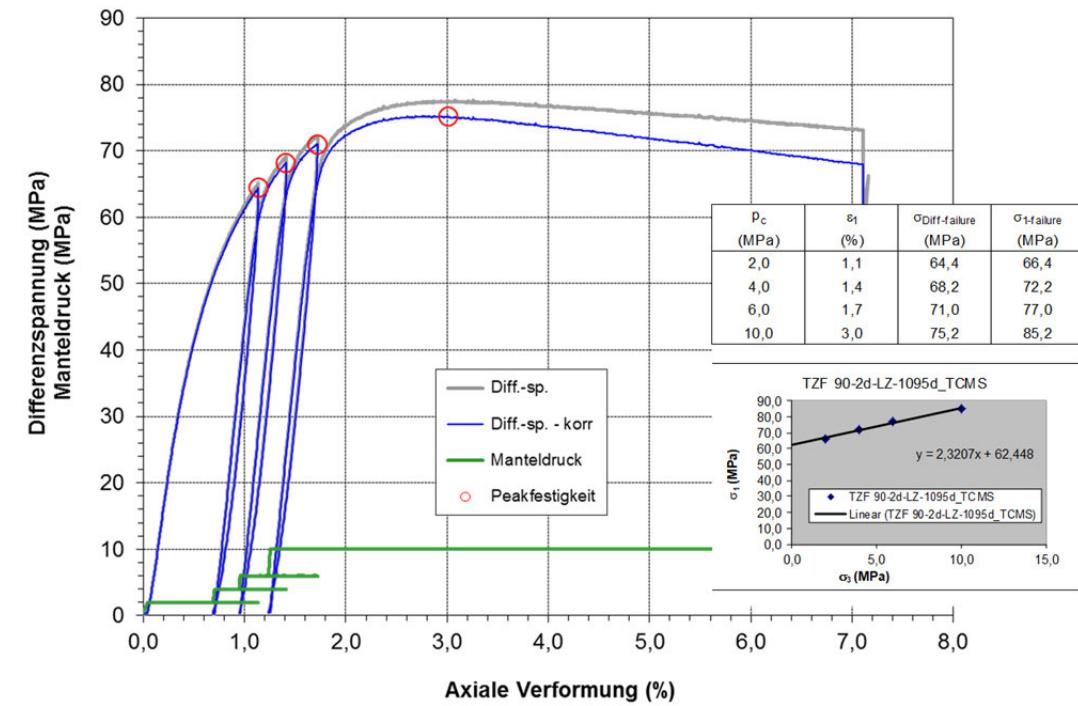
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



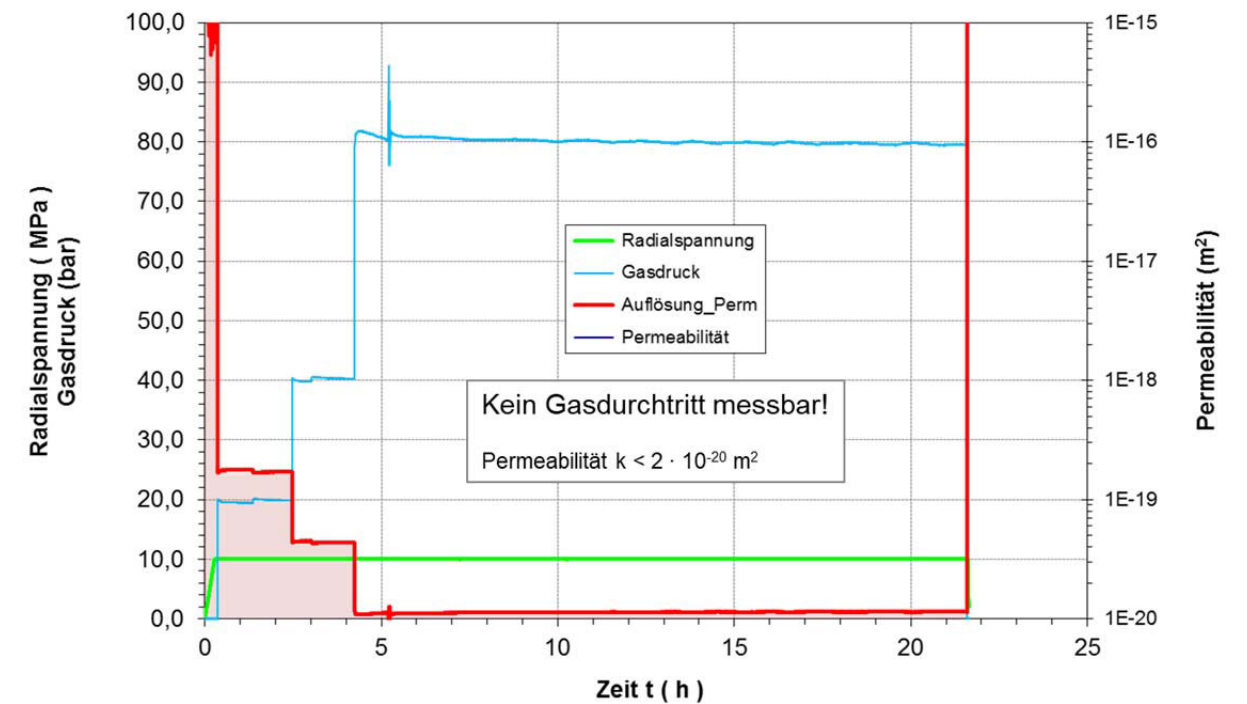
Relaxationsversuch



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung (σ₃ = 10 MPa)

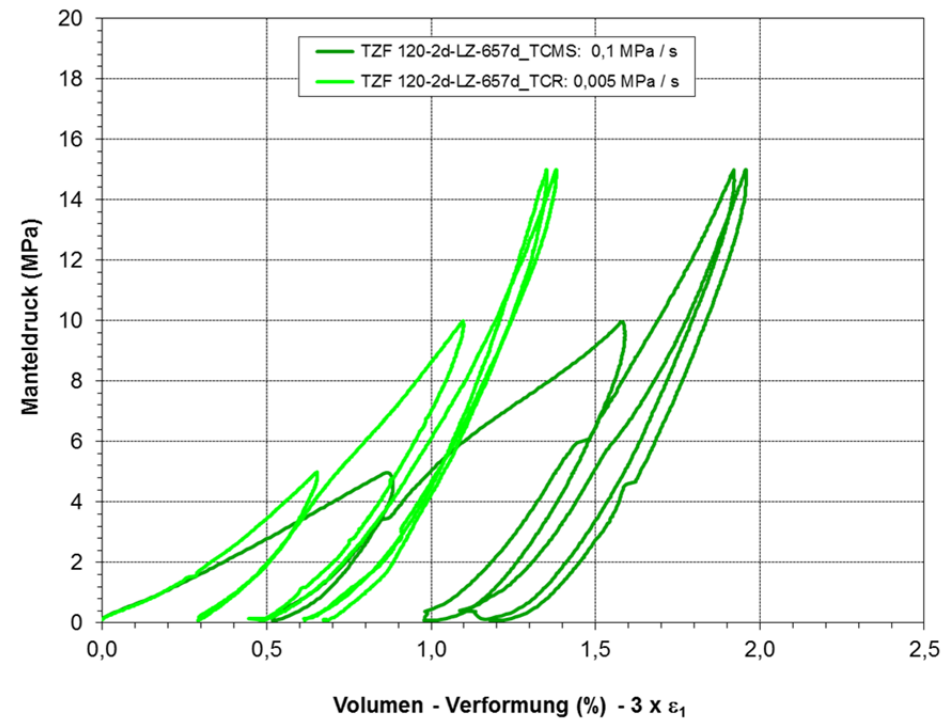




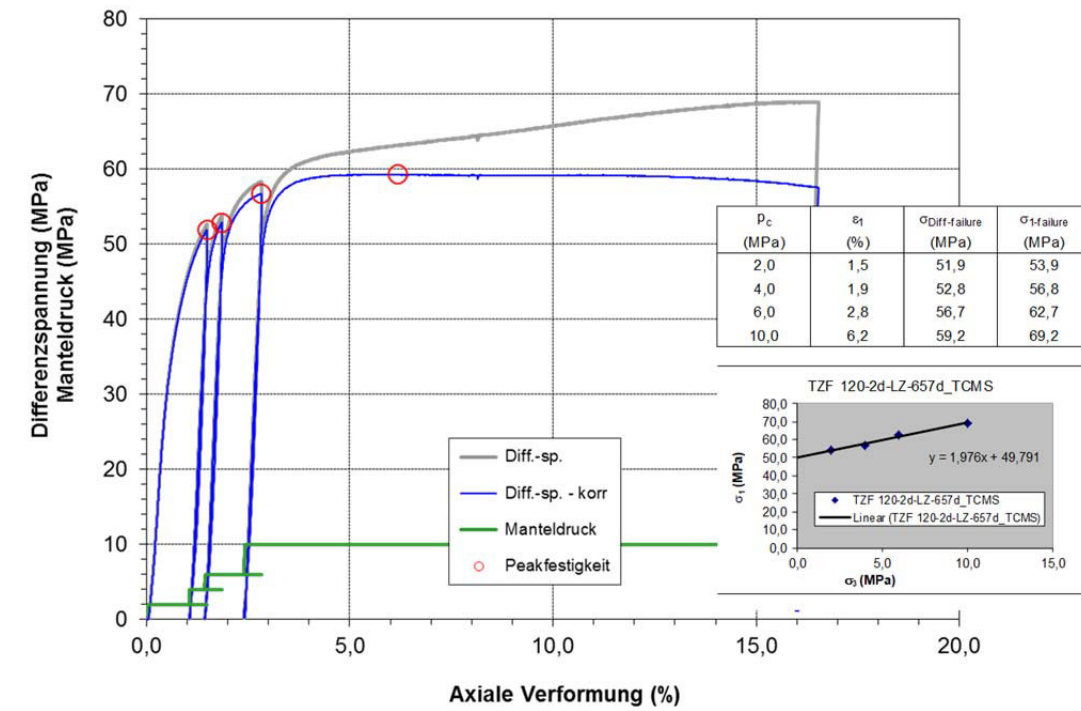
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN
9A	33510000	GHS	TS	0001	00

Anhang 6.3: Probe TZF 120-2d-LZ-657d

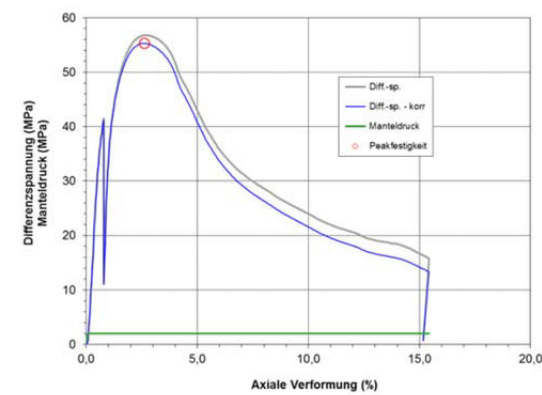
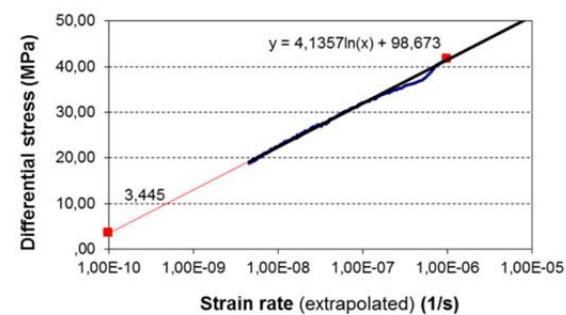
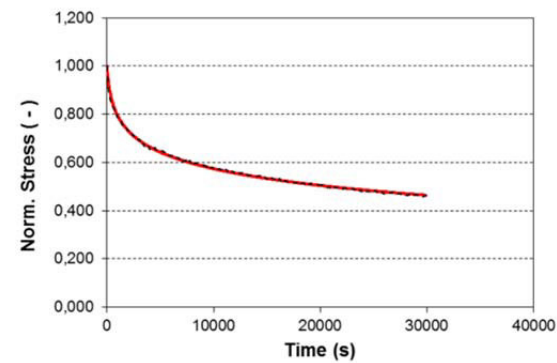
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch

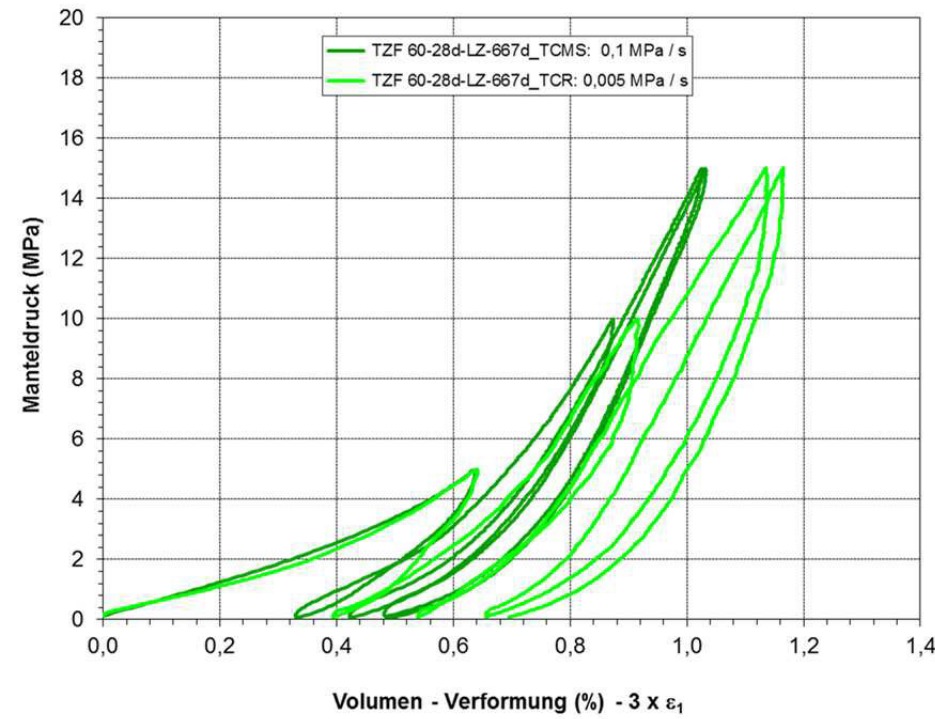




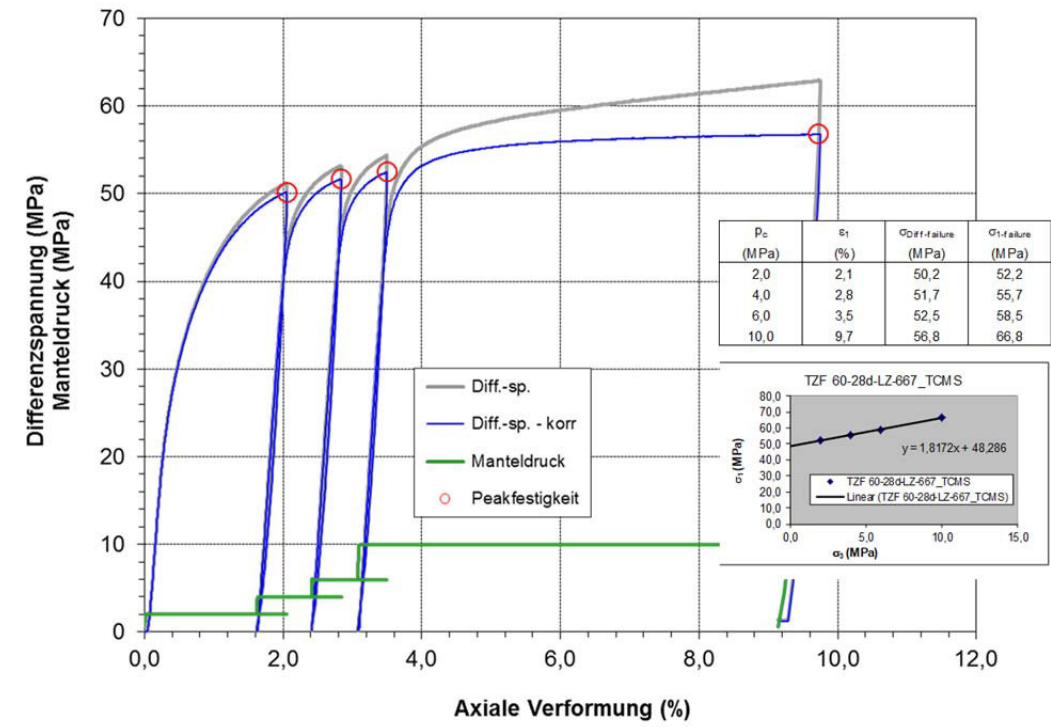
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 208 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		Stand: 10.08.2018
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		

Anhang 6.4: Probe TZF 60-28d-LZ-667d

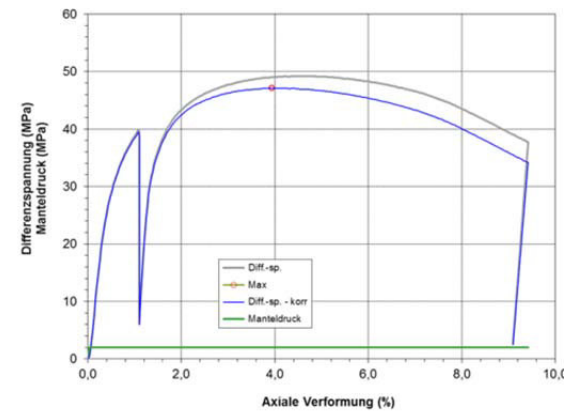
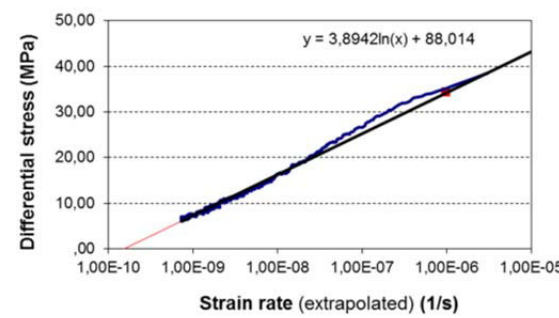
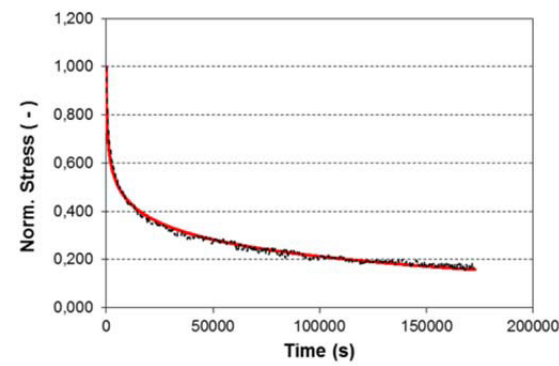
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



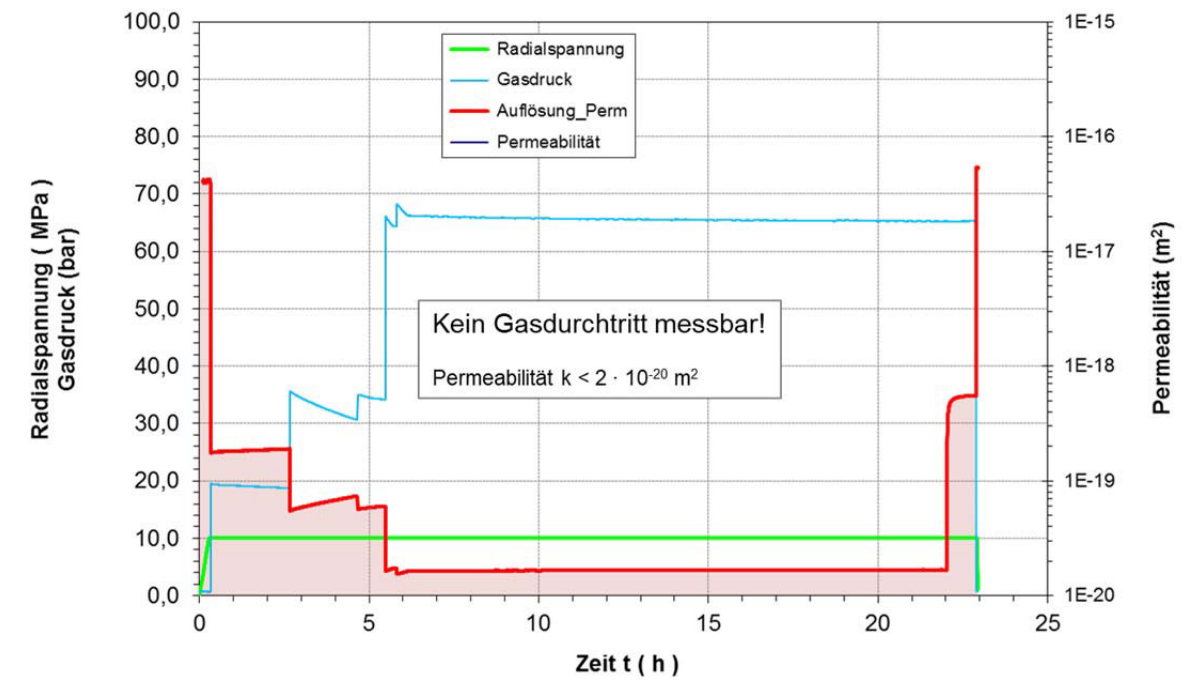
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

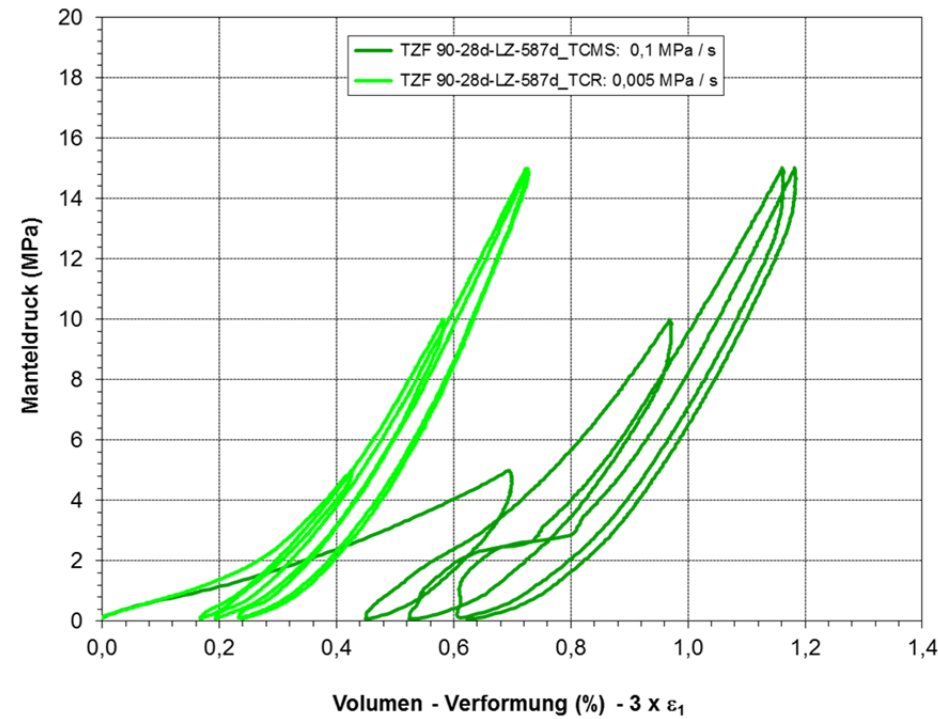




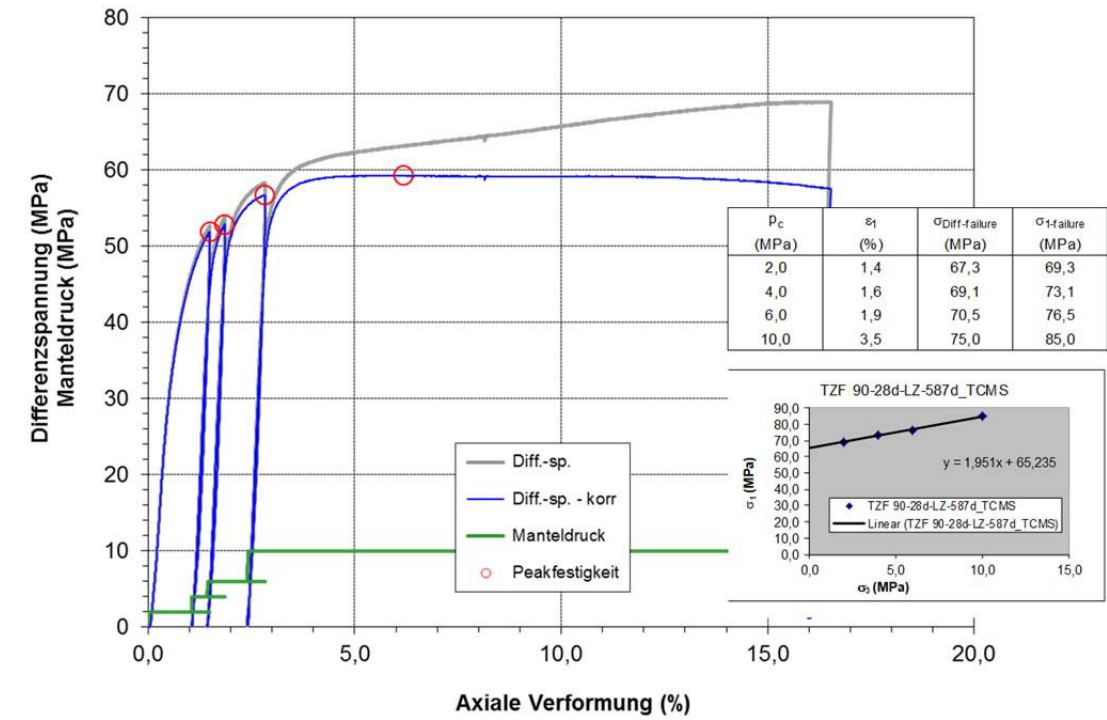
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 209 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.5: Probe TZF 90-28d-LZ-587d

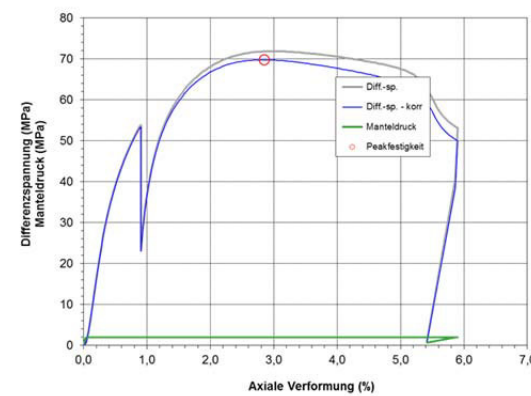
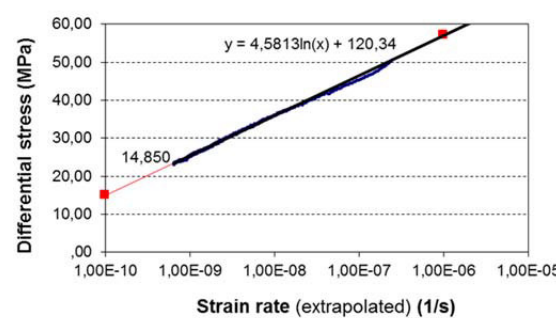
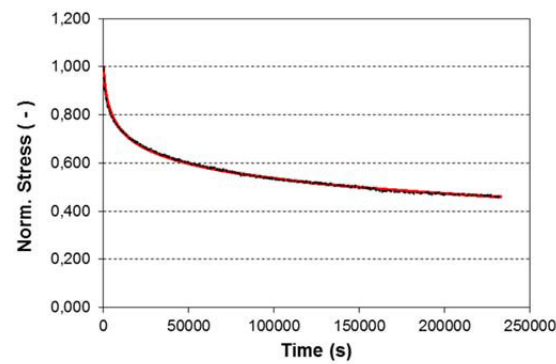
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



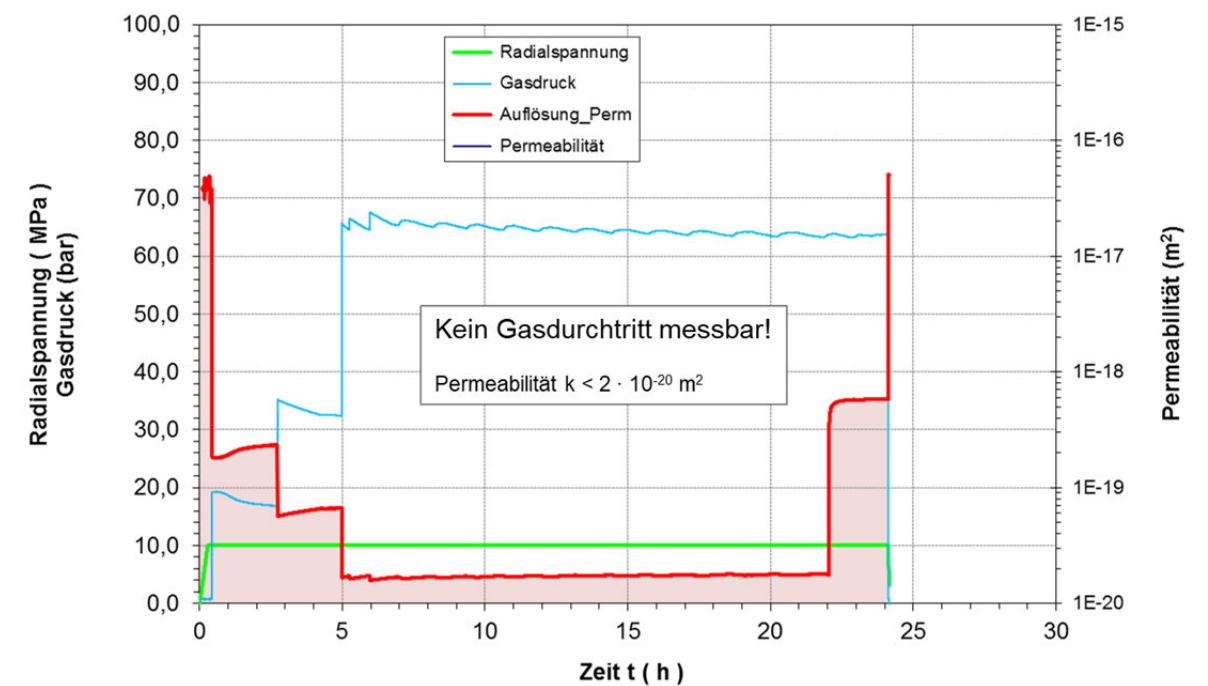
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

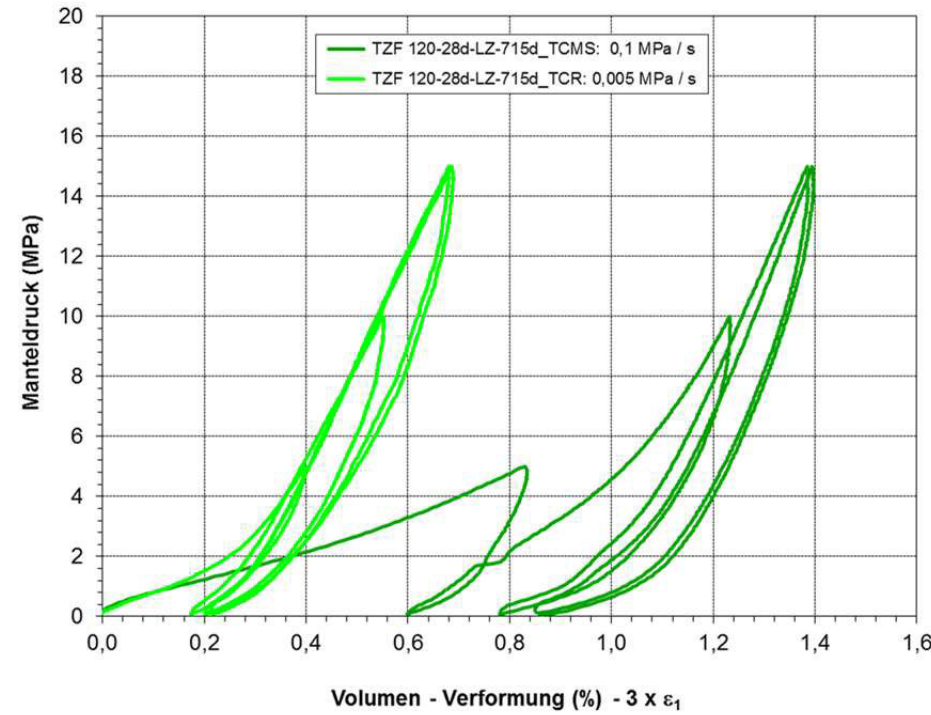




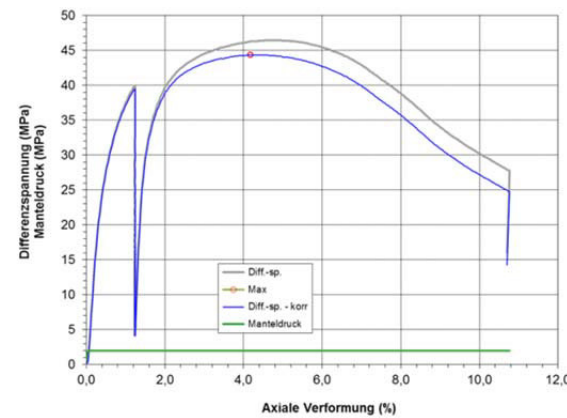
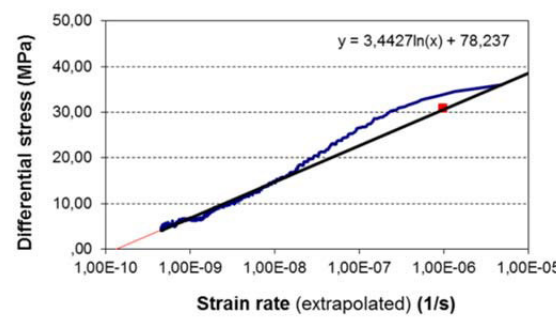
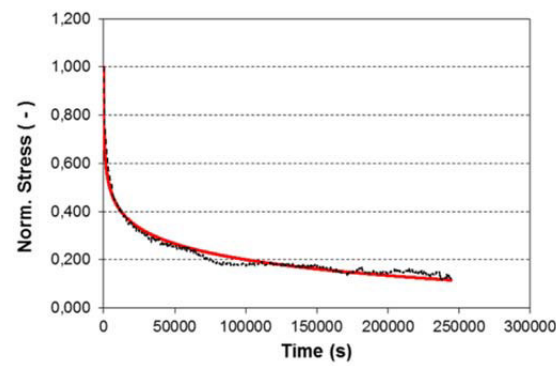
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 210 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.6: Probe TZF 120-28d-LZ-715d

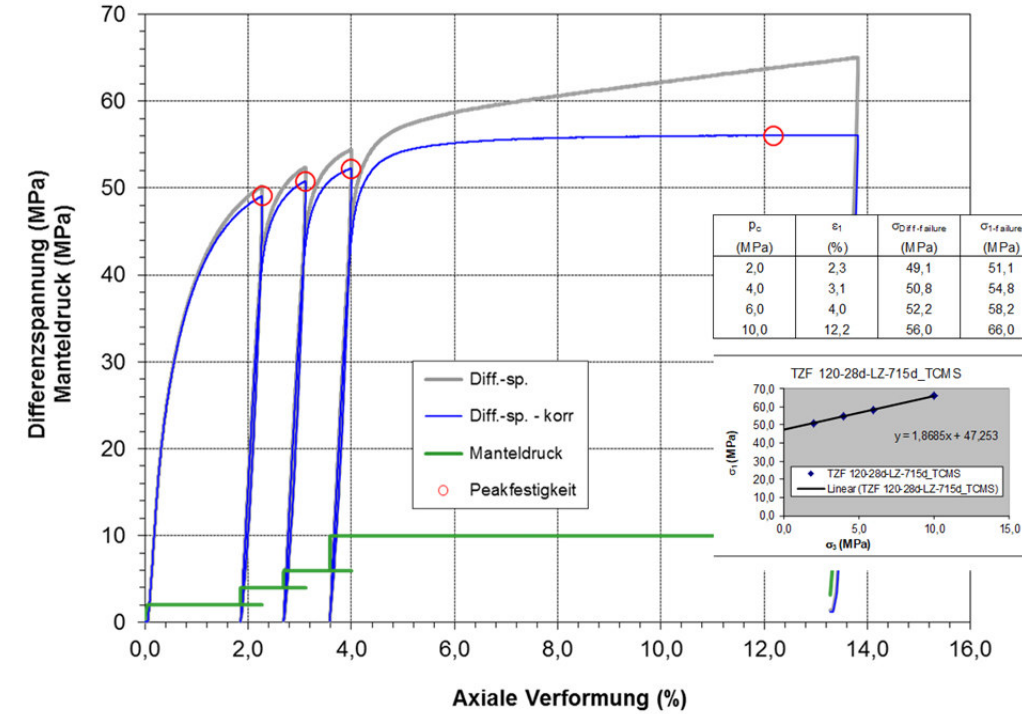
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



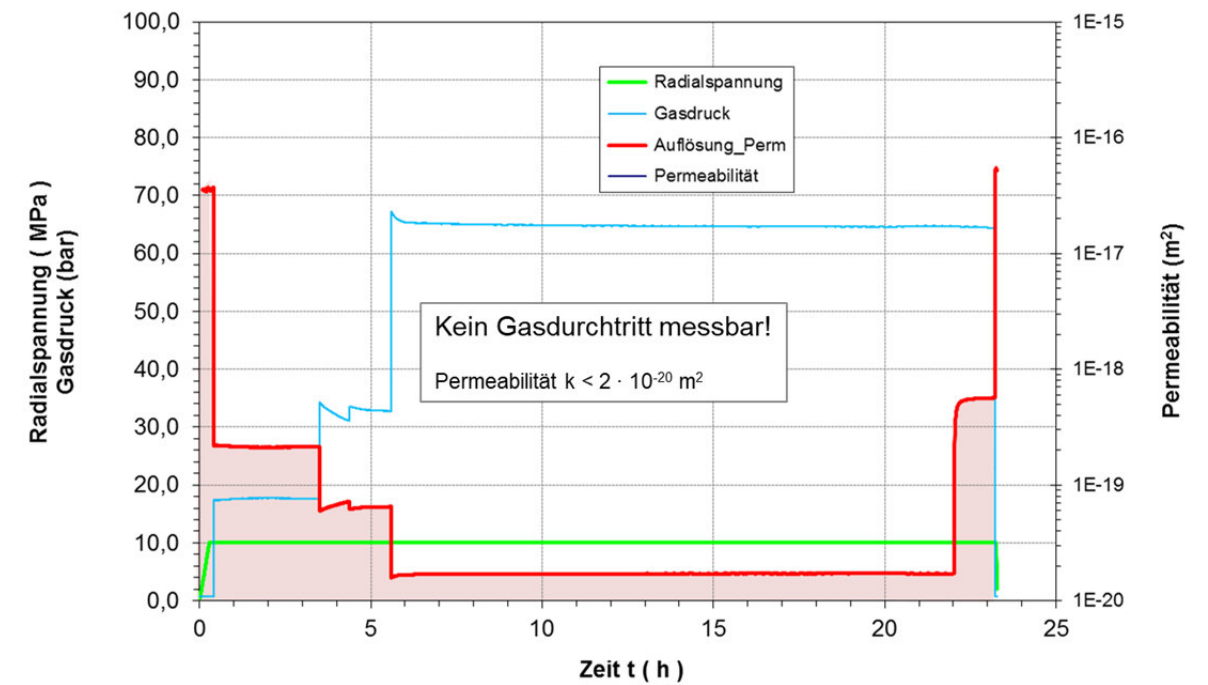
Relaxationsversuch



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

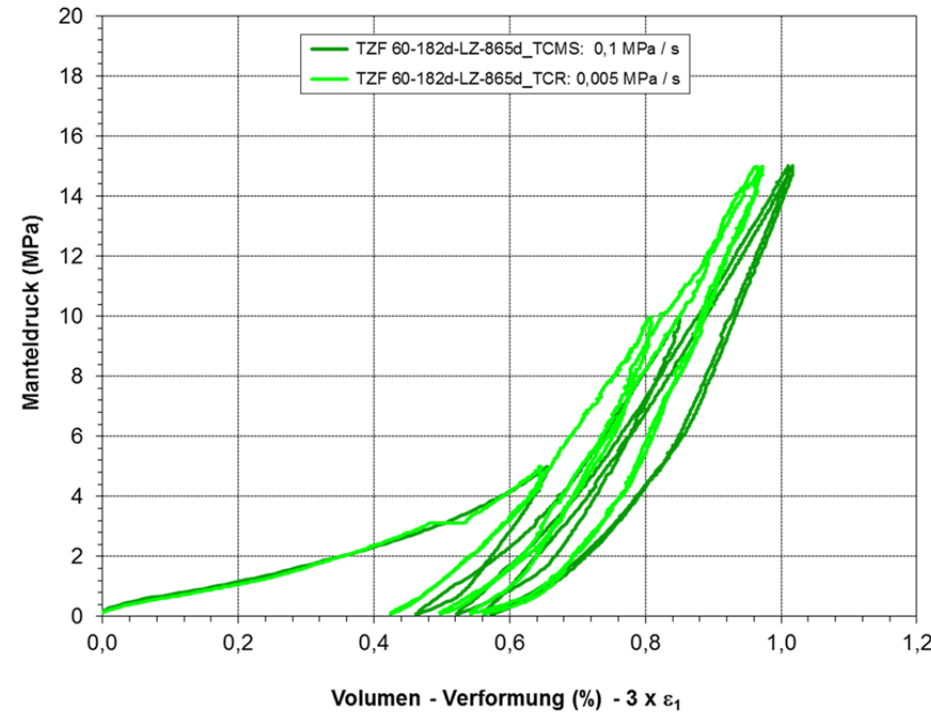




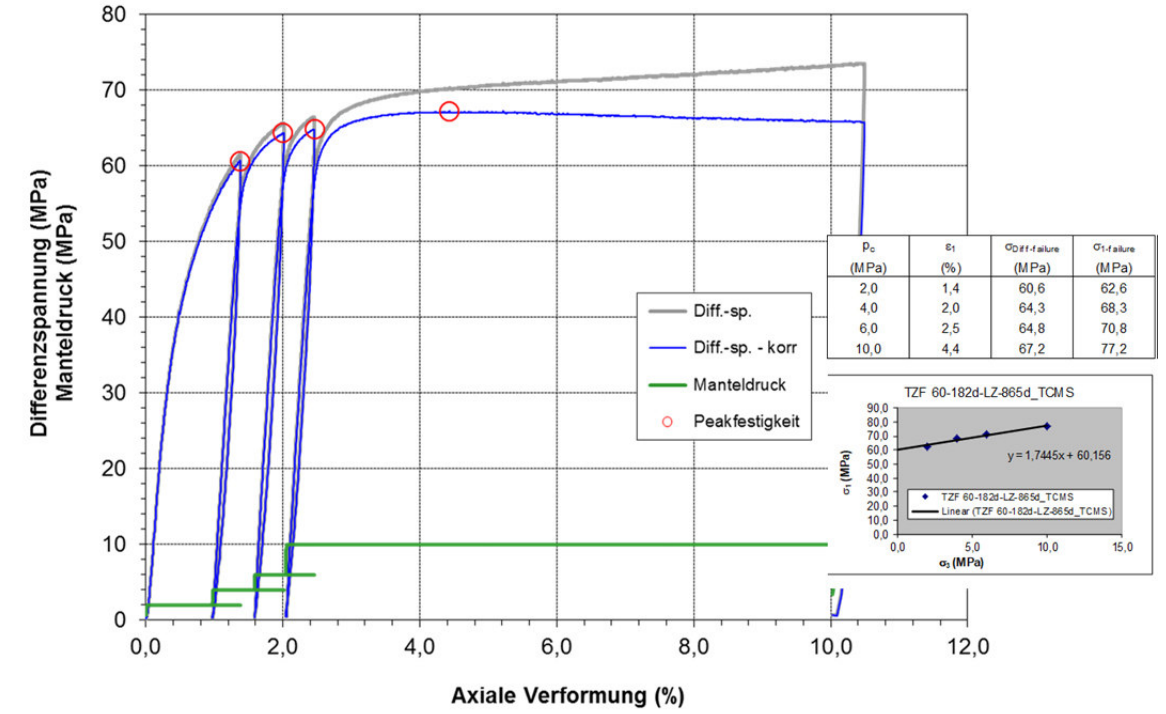
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 211 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.7: Probe TZF 60-182d-LZ-865d

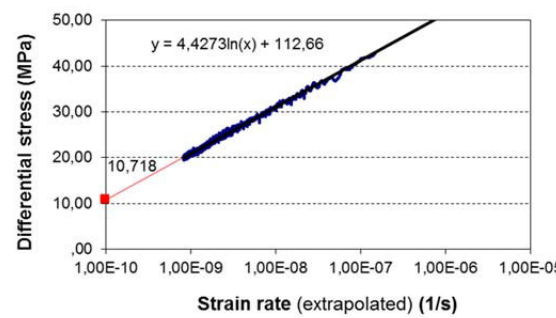
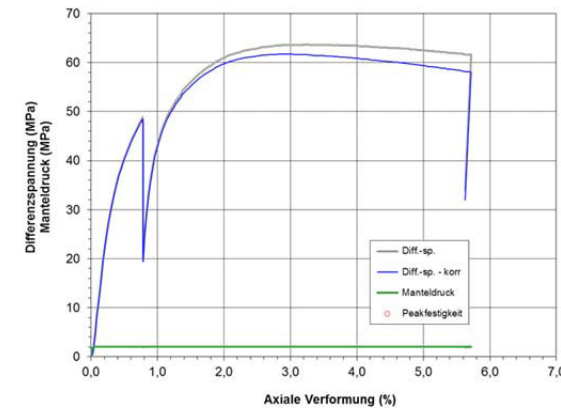
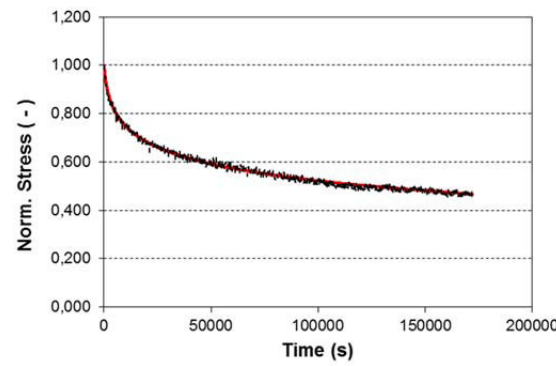
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



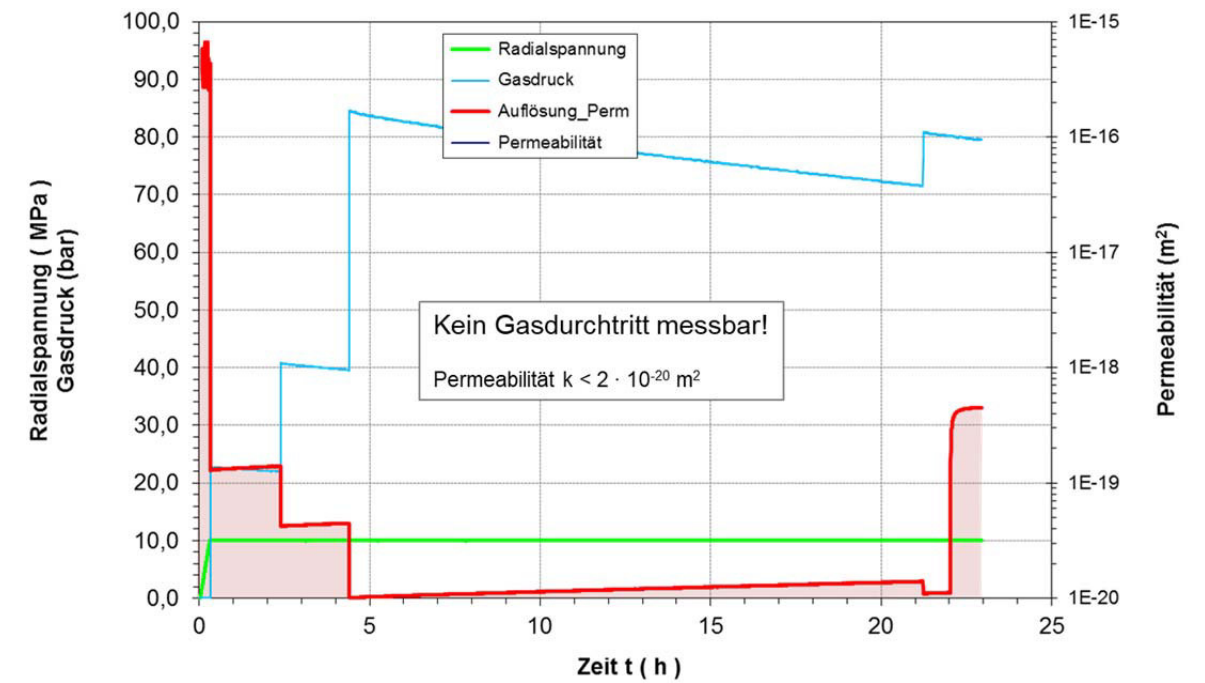
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



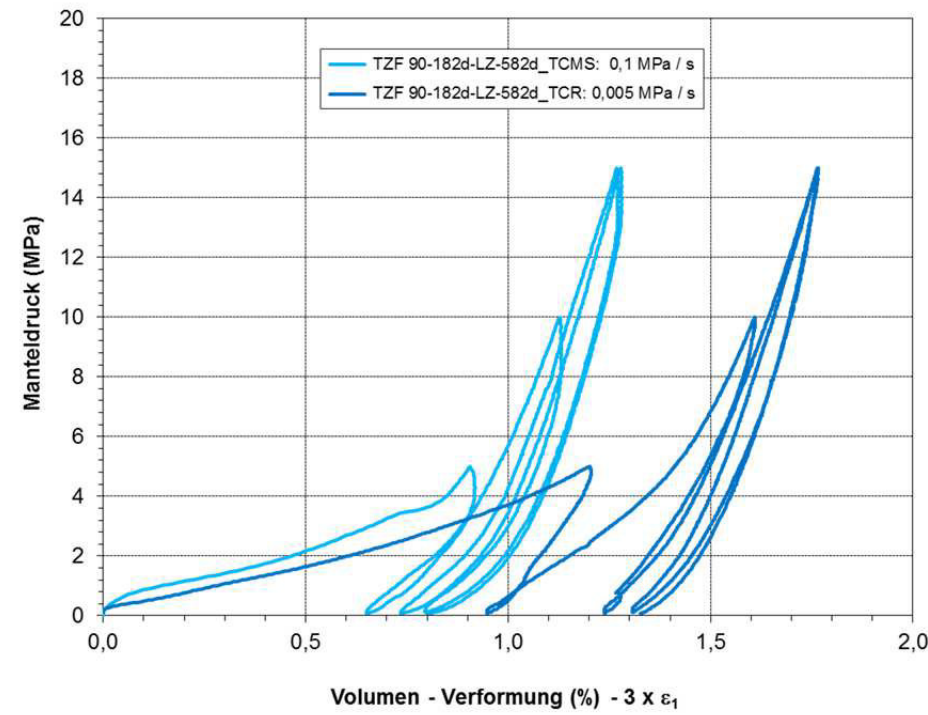
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



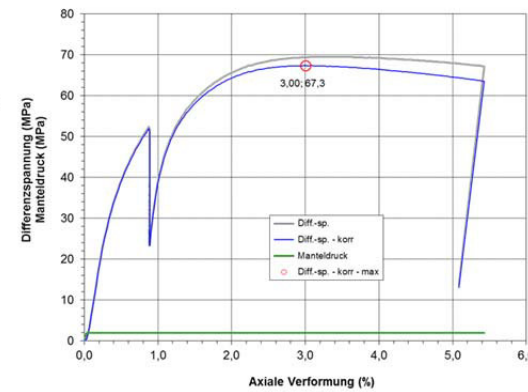
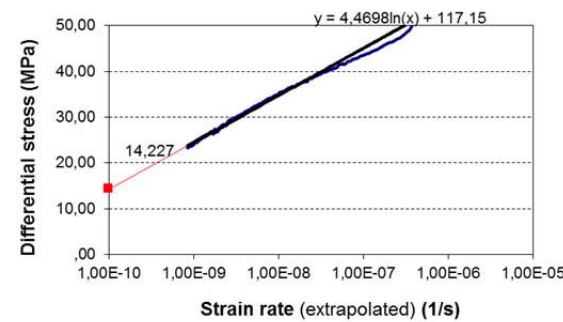
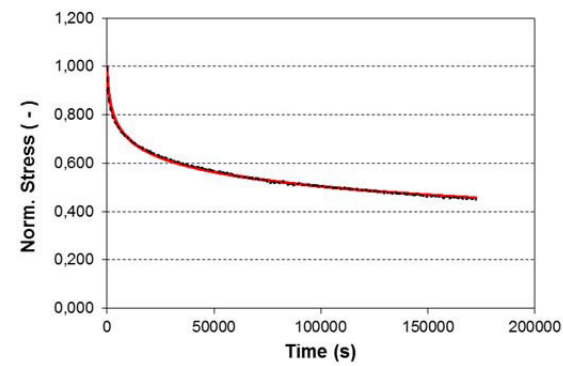
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 212 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.8: Probe TZF 90-182d-LZ-582d

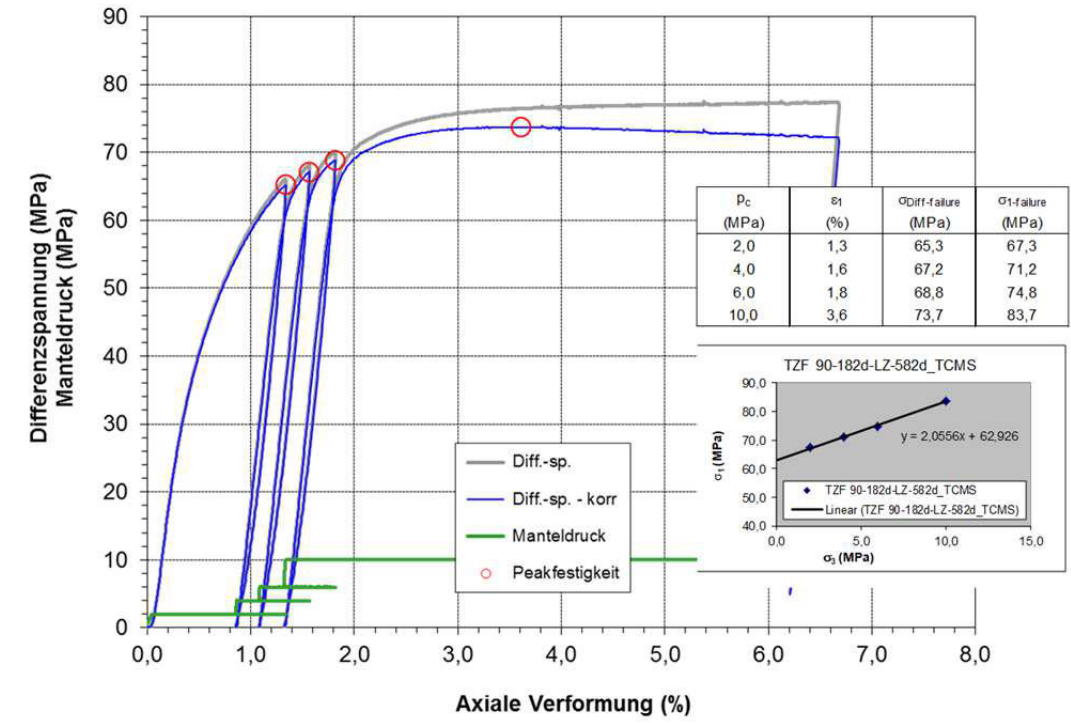
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



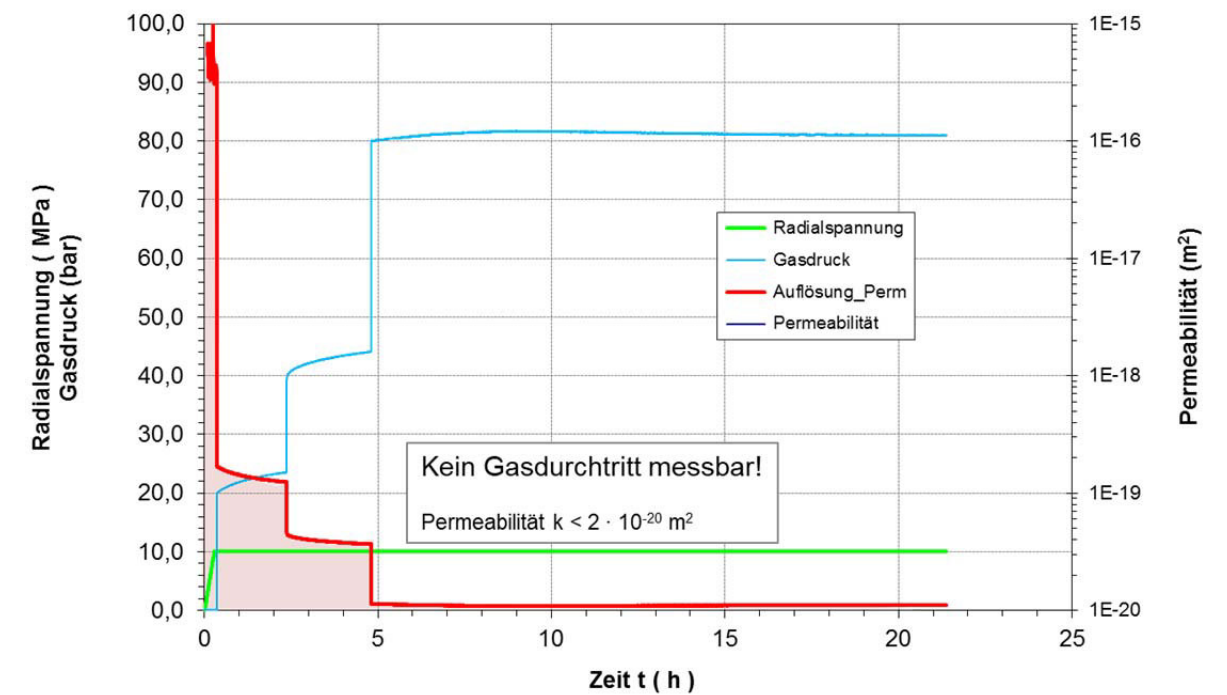
Relaxationsversuch



Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung (σ₃ = 10 MPa)

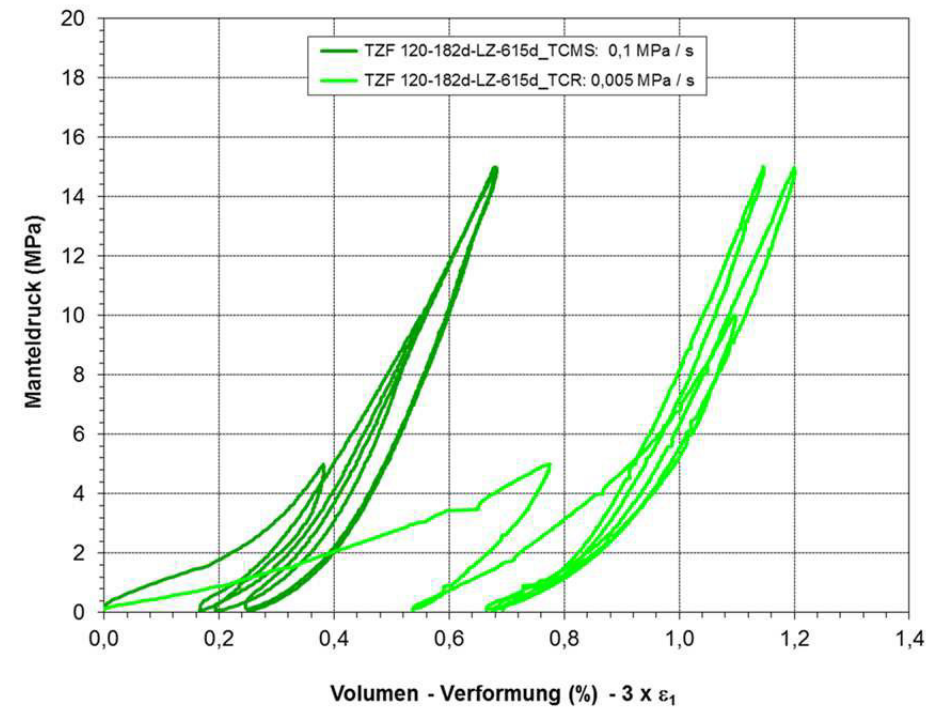




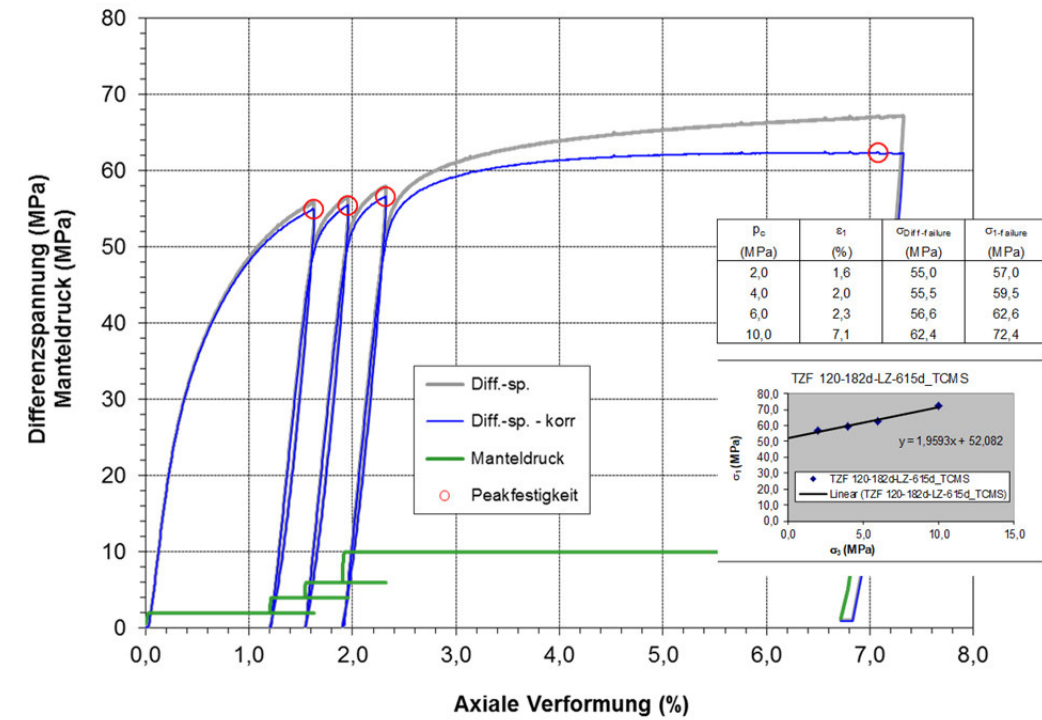
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 213 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.9: Probe TZF 120-182d-LZ-615d

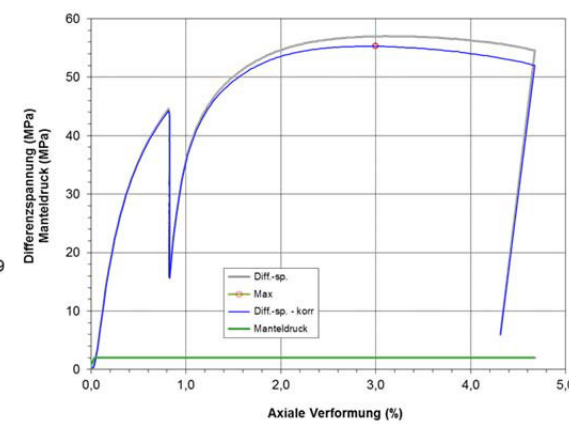
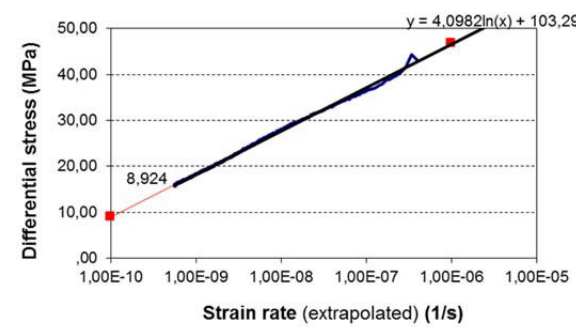
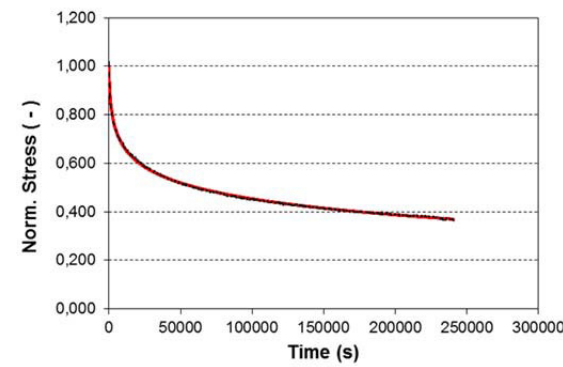
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



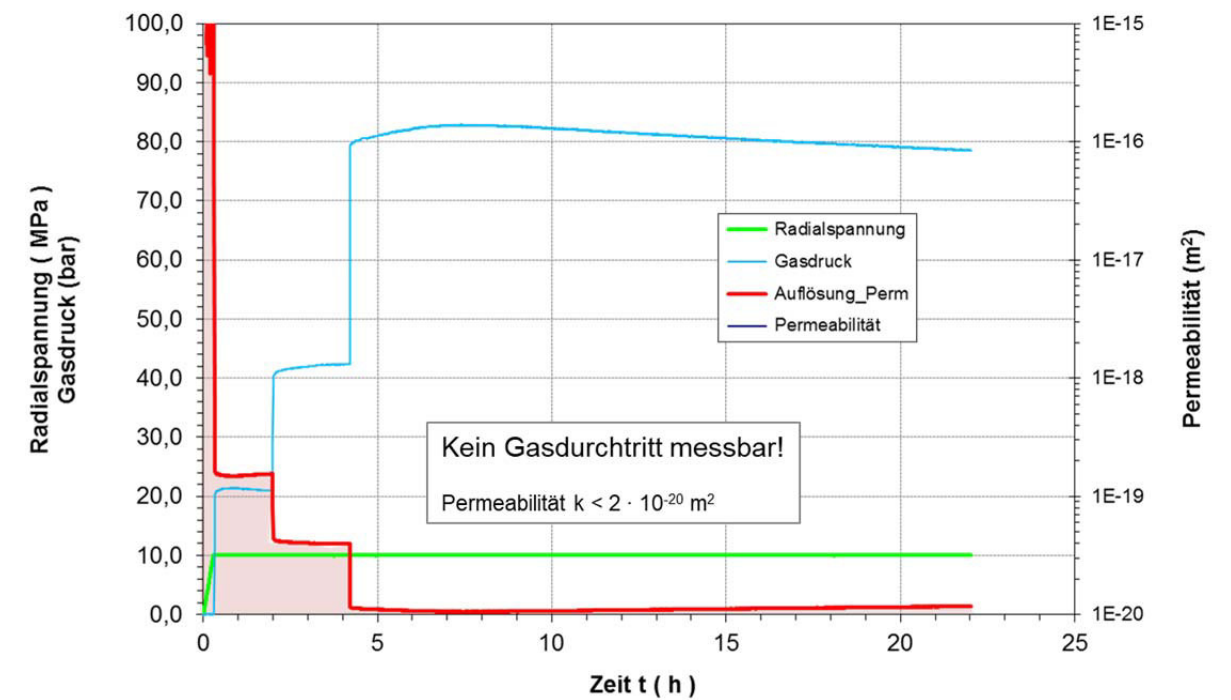
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch

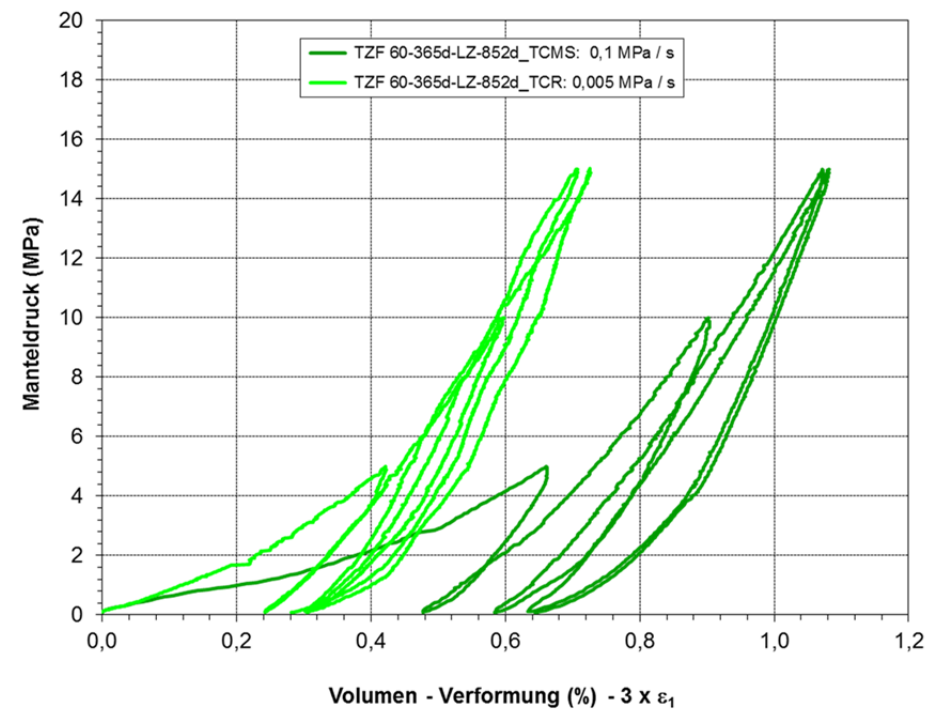


Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

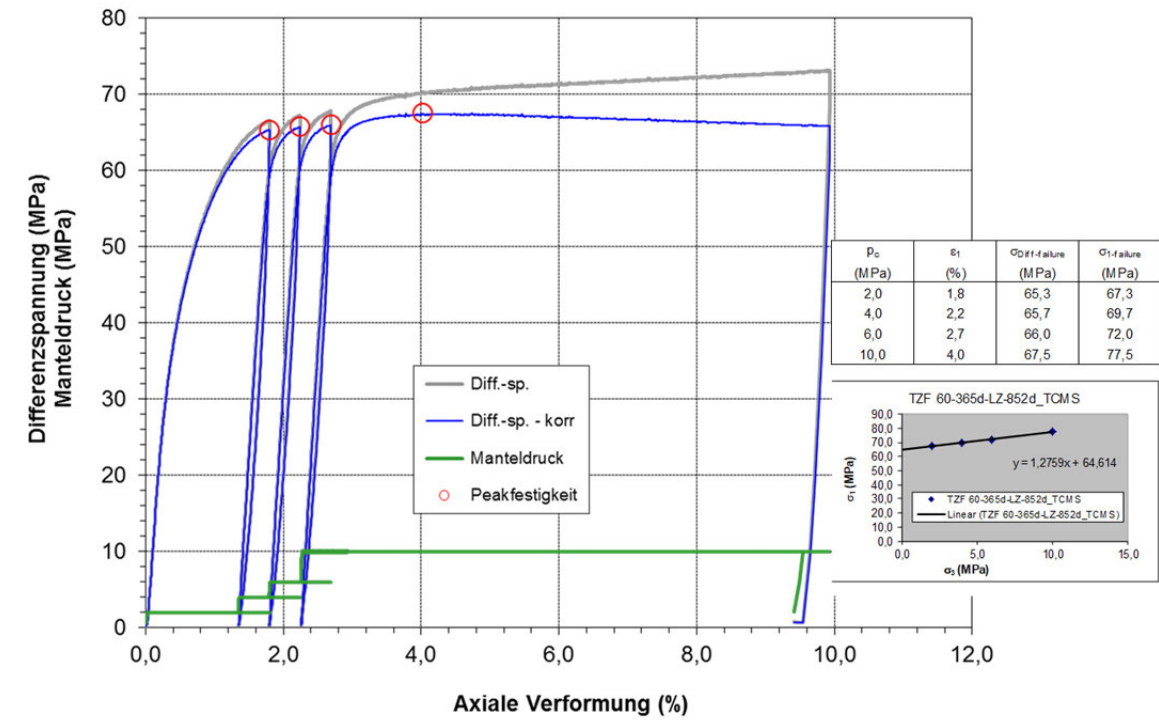


Anhang 6.10: Probe TZF 60-365d-LZ-852d

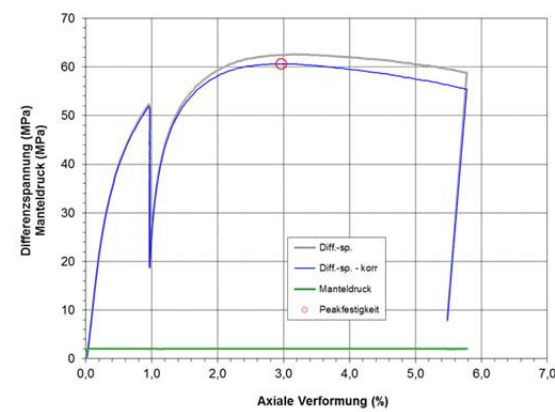
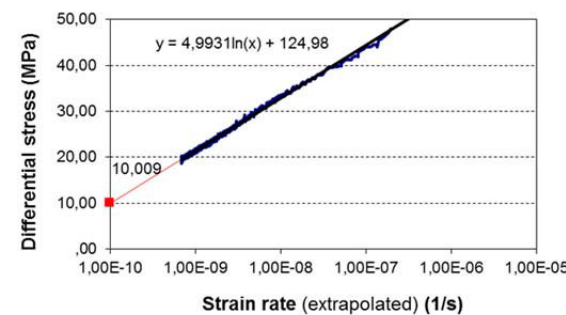
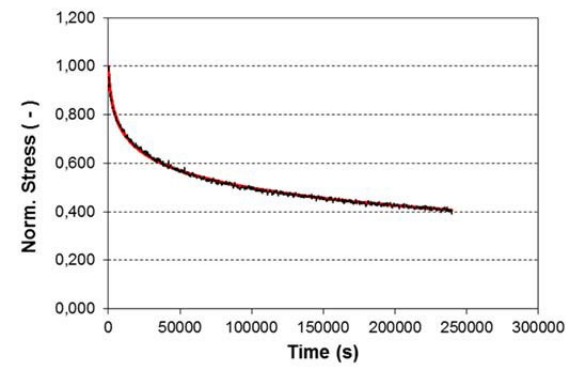
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



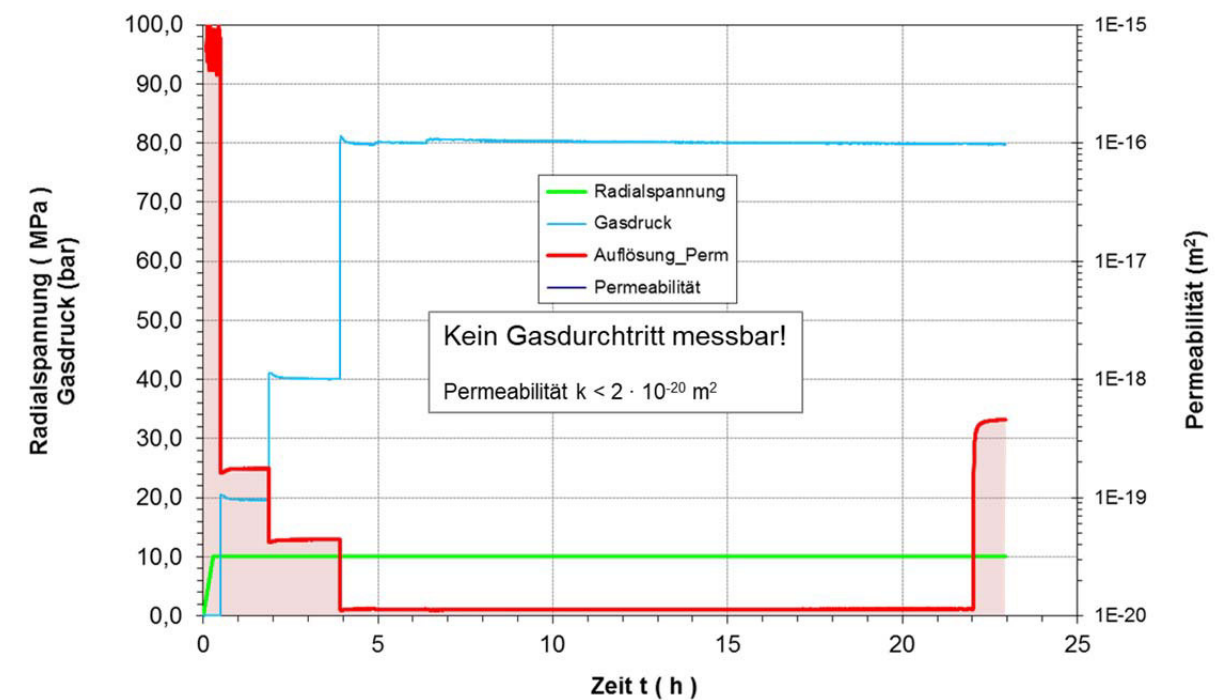
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch

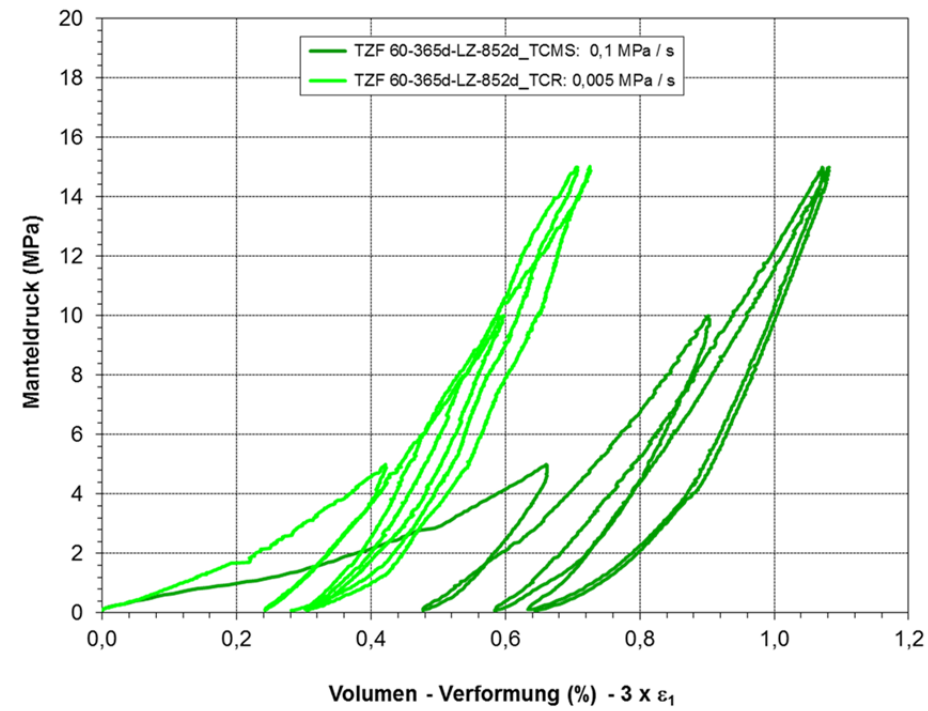


Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

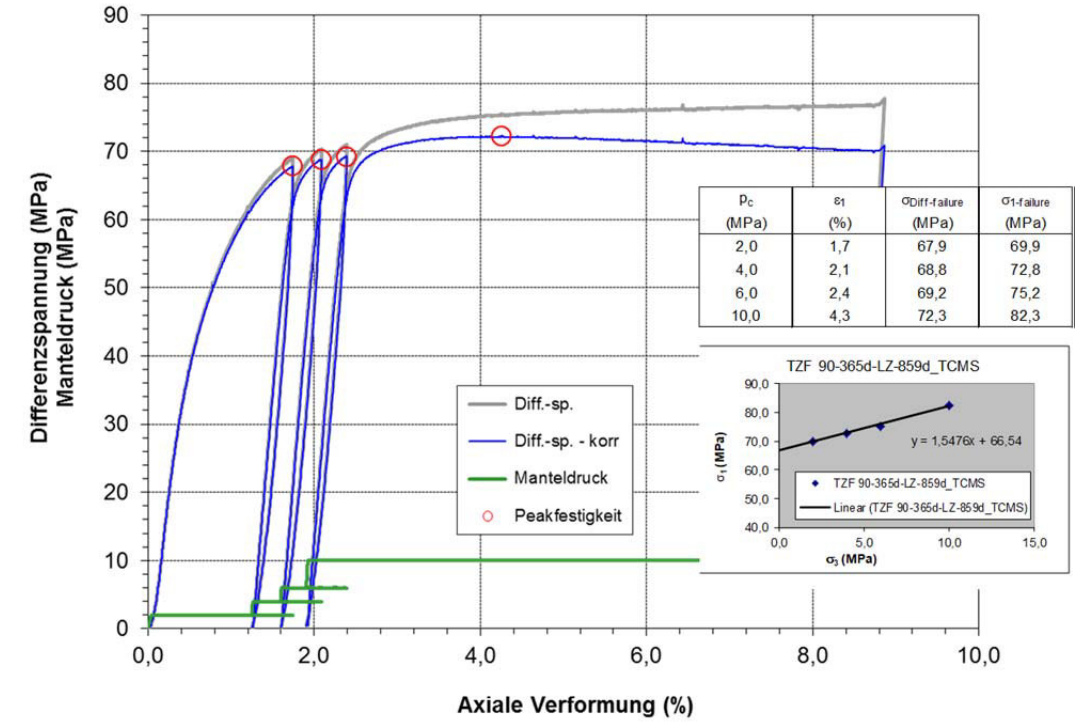


Anhang 6.11: Probe TZF 90-365d-LZ-859d

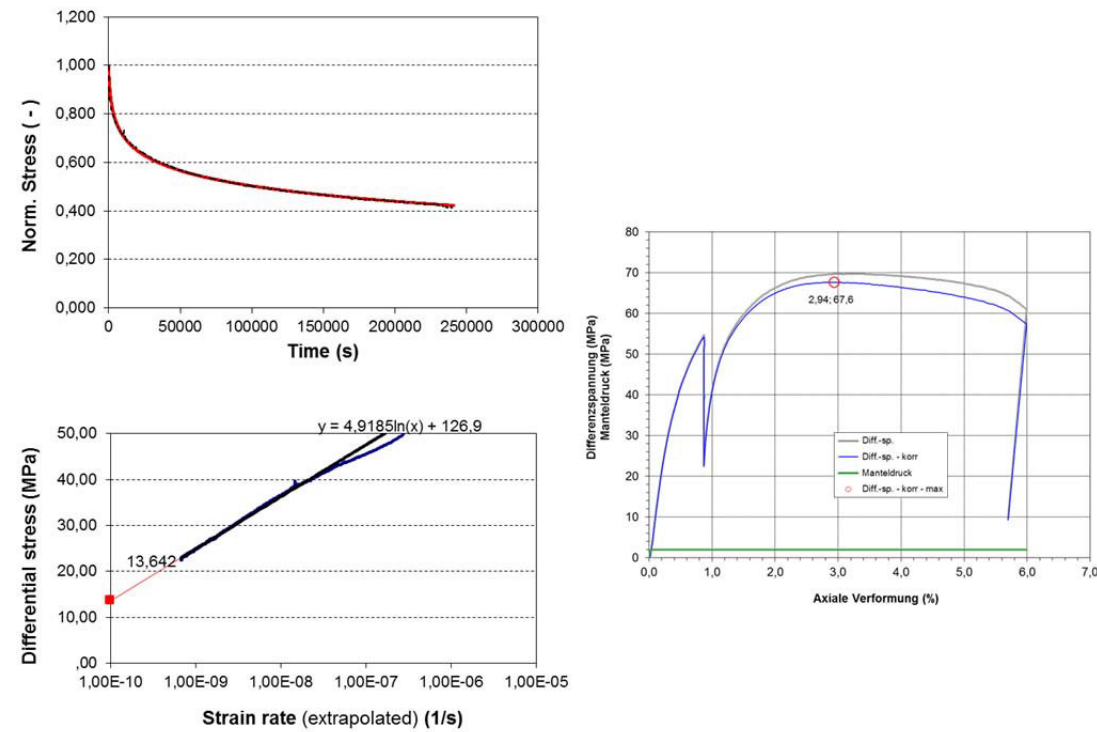
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



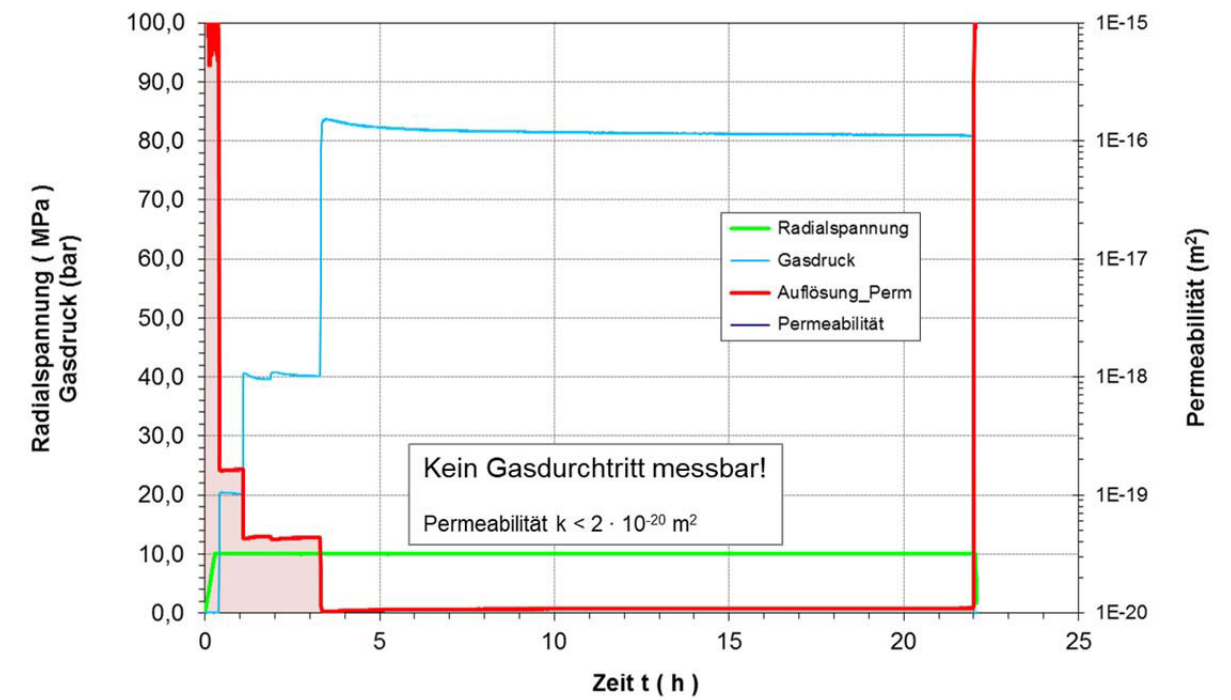
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



Anhang 6.12: Probe TZF 120-365d-LZ-866d

Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen

Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik

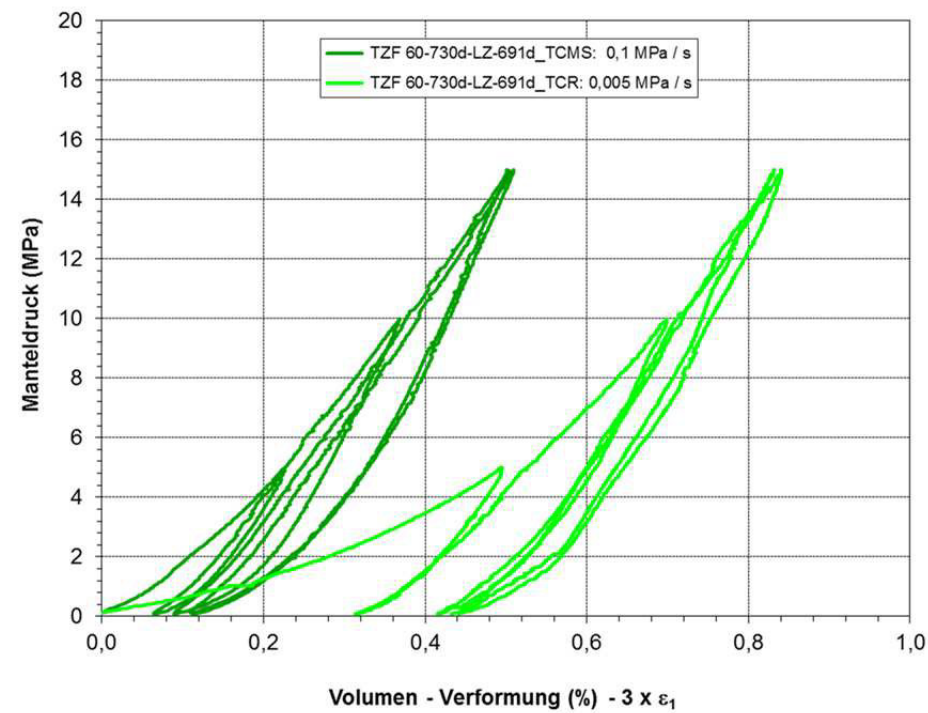
Relaxationsversuch

Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

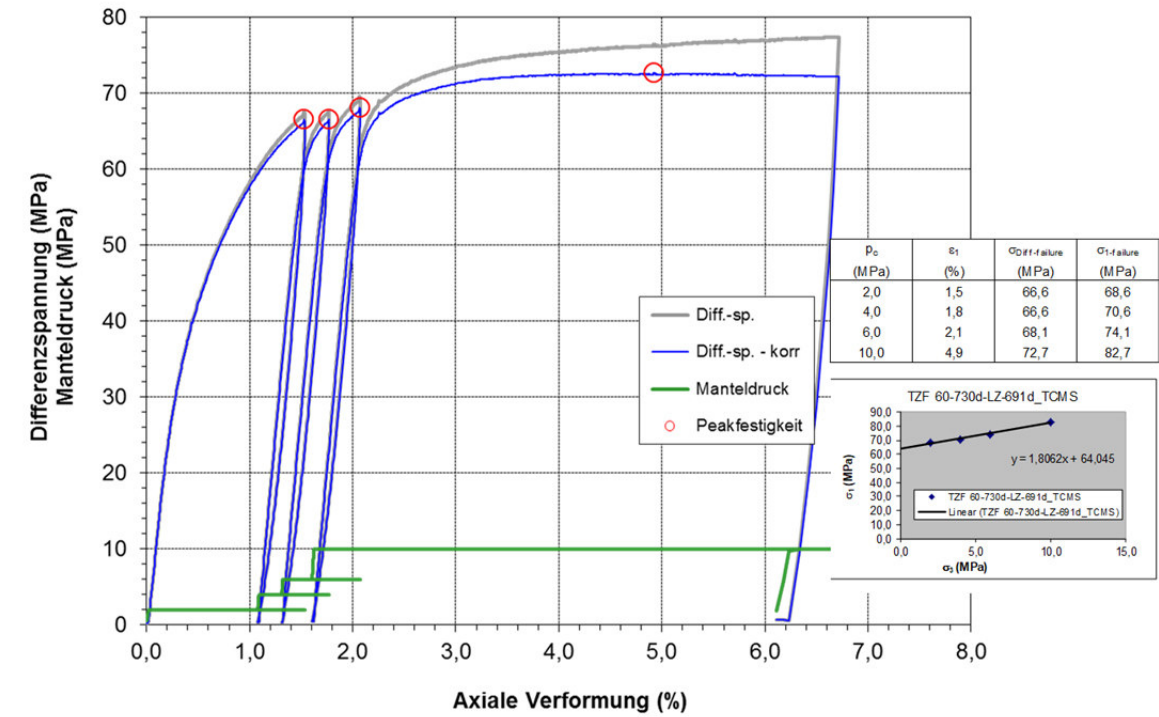
Keine Messdaten vorhanden, weil Probe beim Auspressen aus der Druckzelle zerstört wurde.

Anhang 6.13: Probe TZF 60-730d-LZ-691d

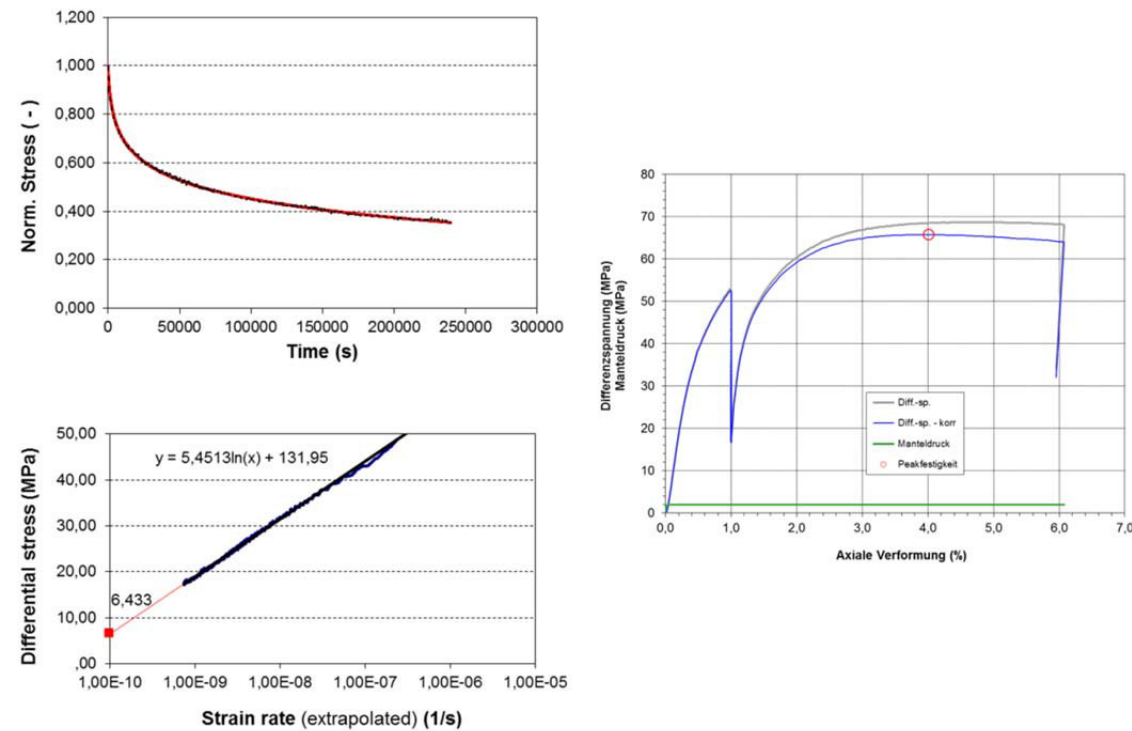
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



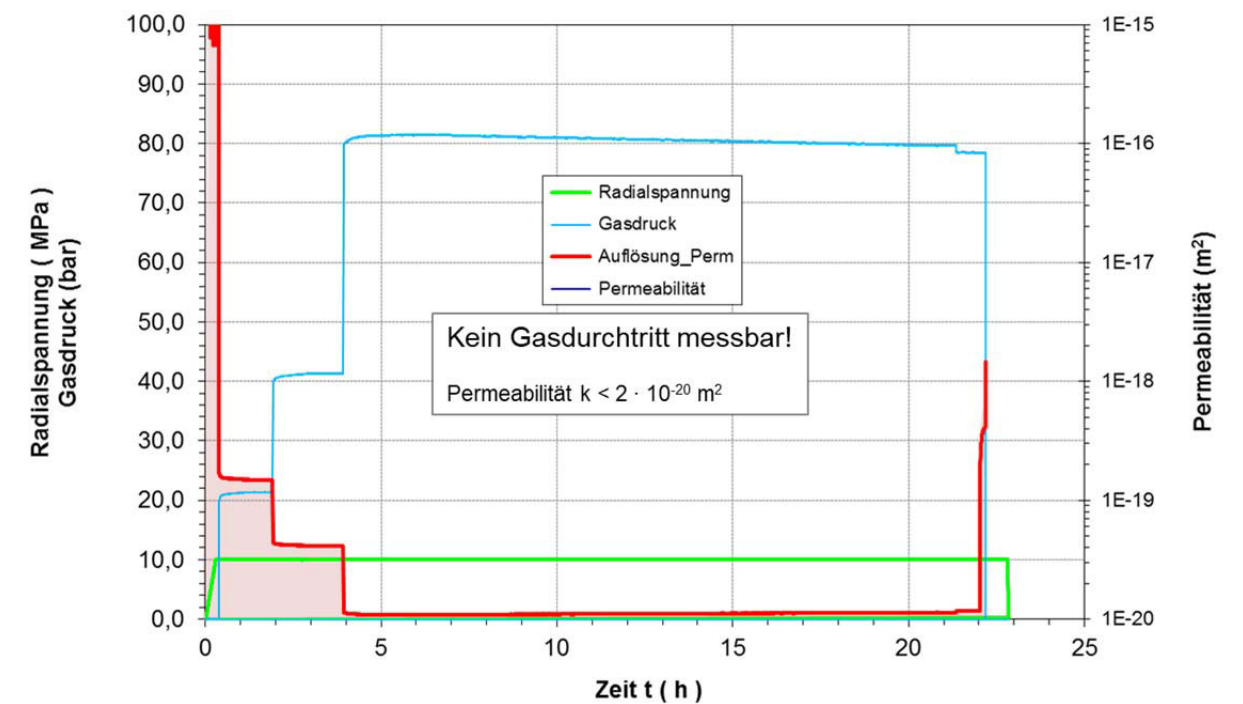
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

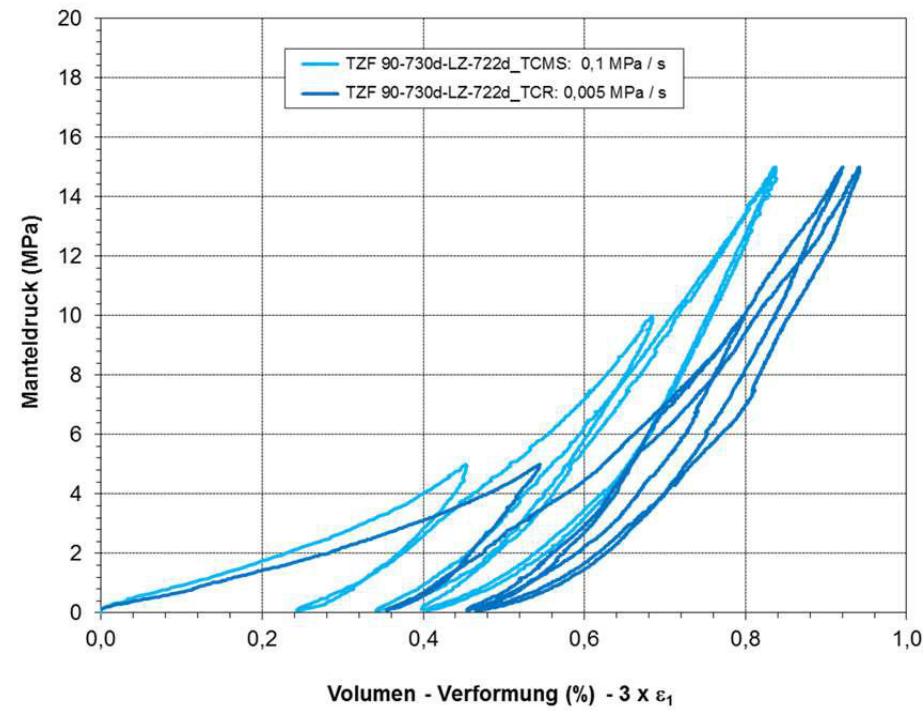




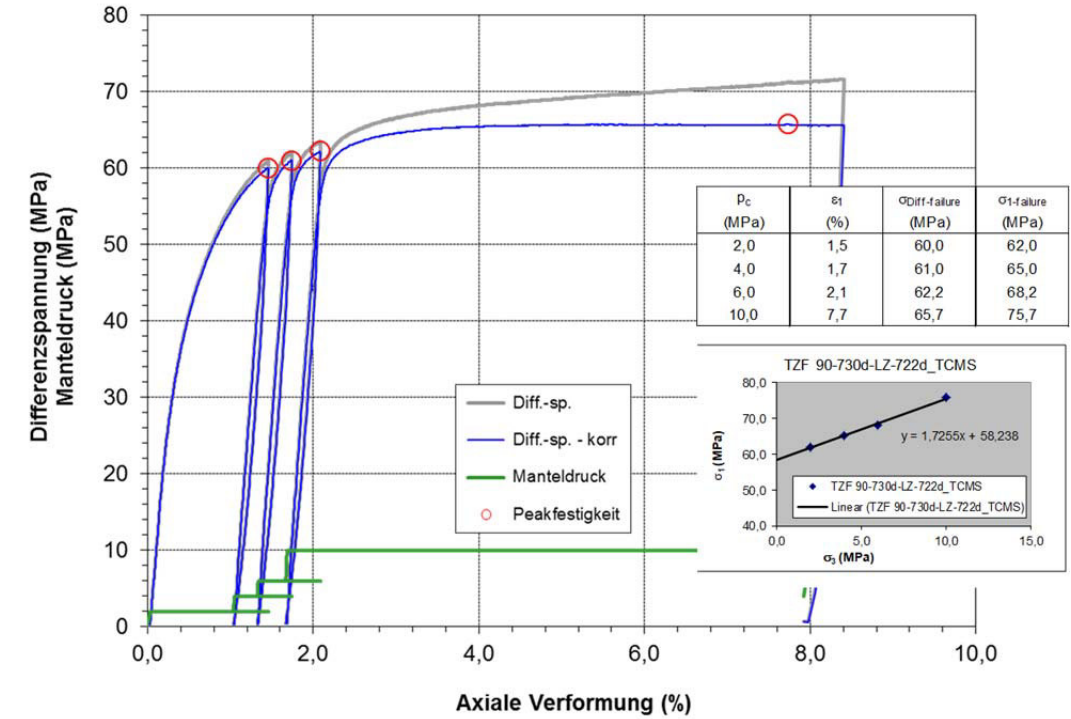
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 218 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.14: Probe TZF 90-730d-LZ-722d

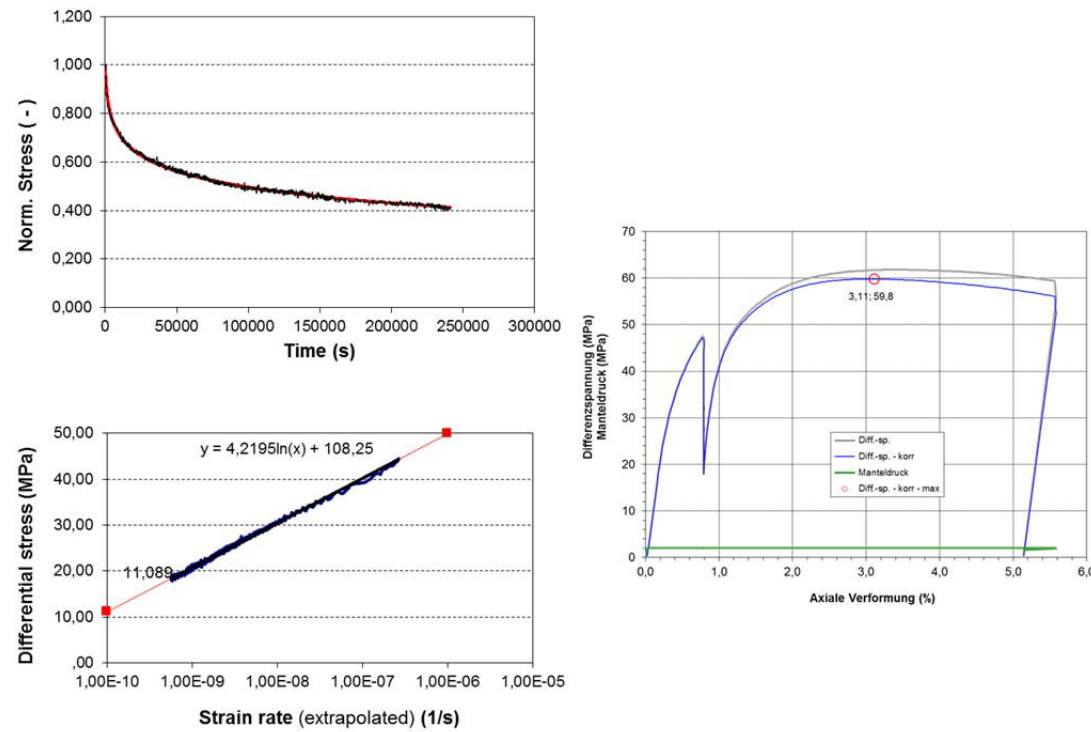
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



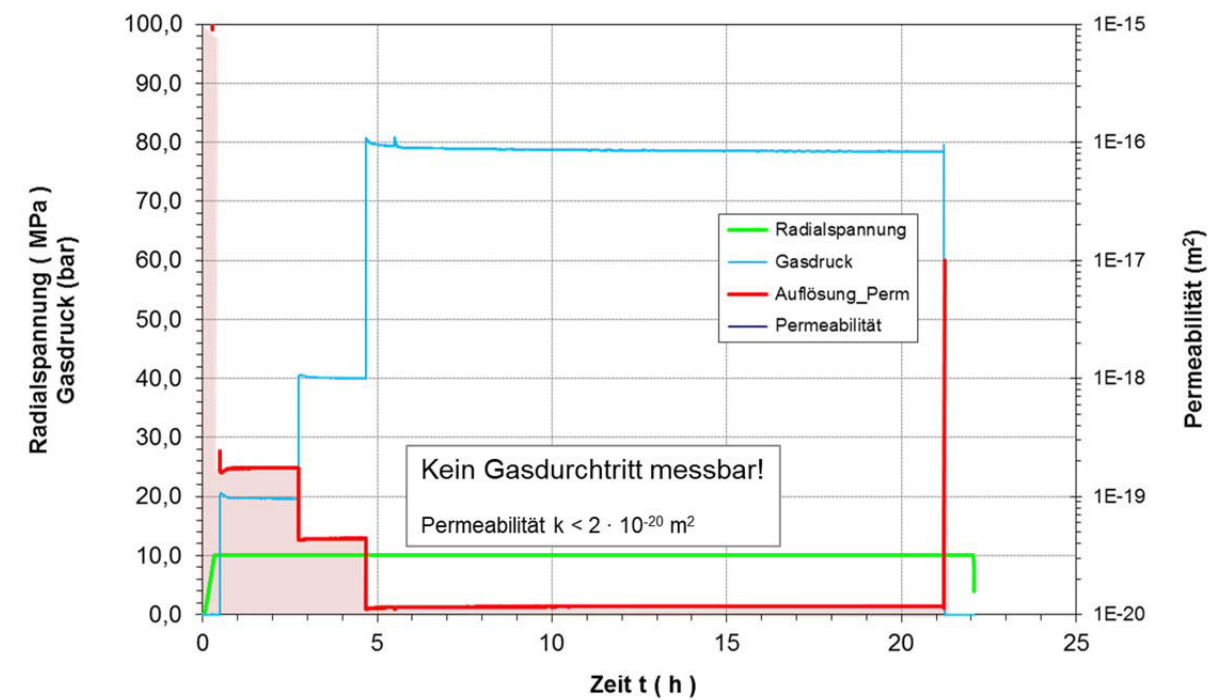
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung (σ₃ = 10 MPa)

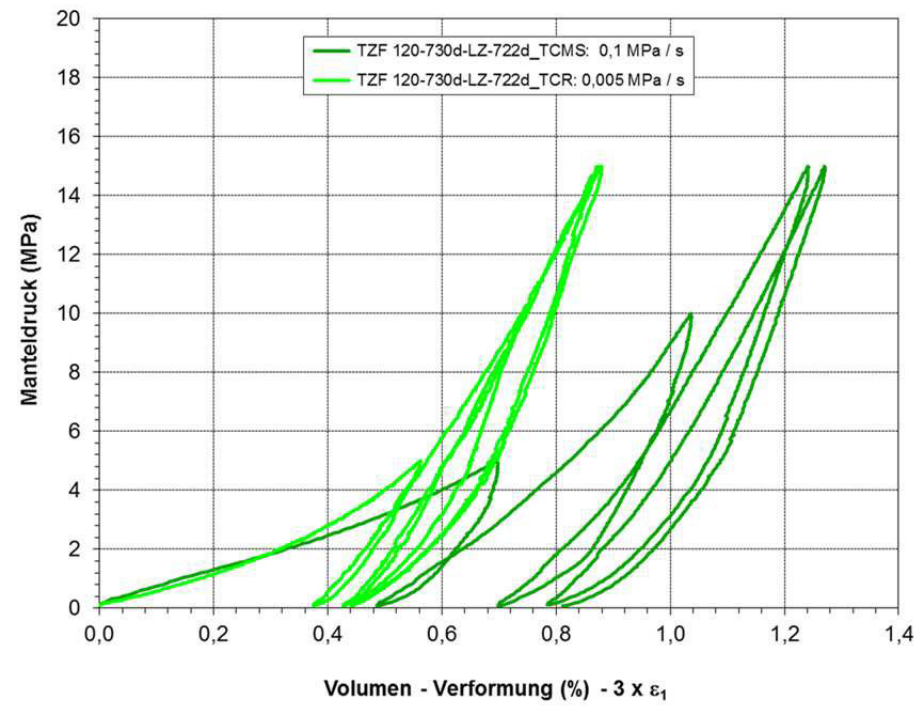




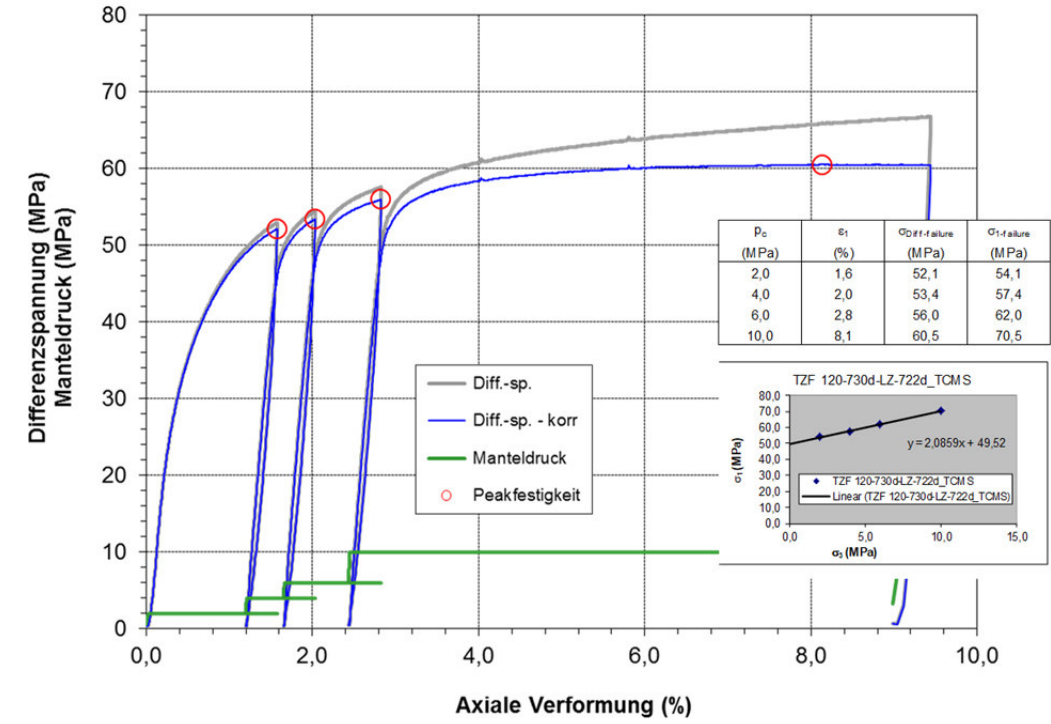
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 219 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.15: Probe TZF 120-730d-LZ-722d

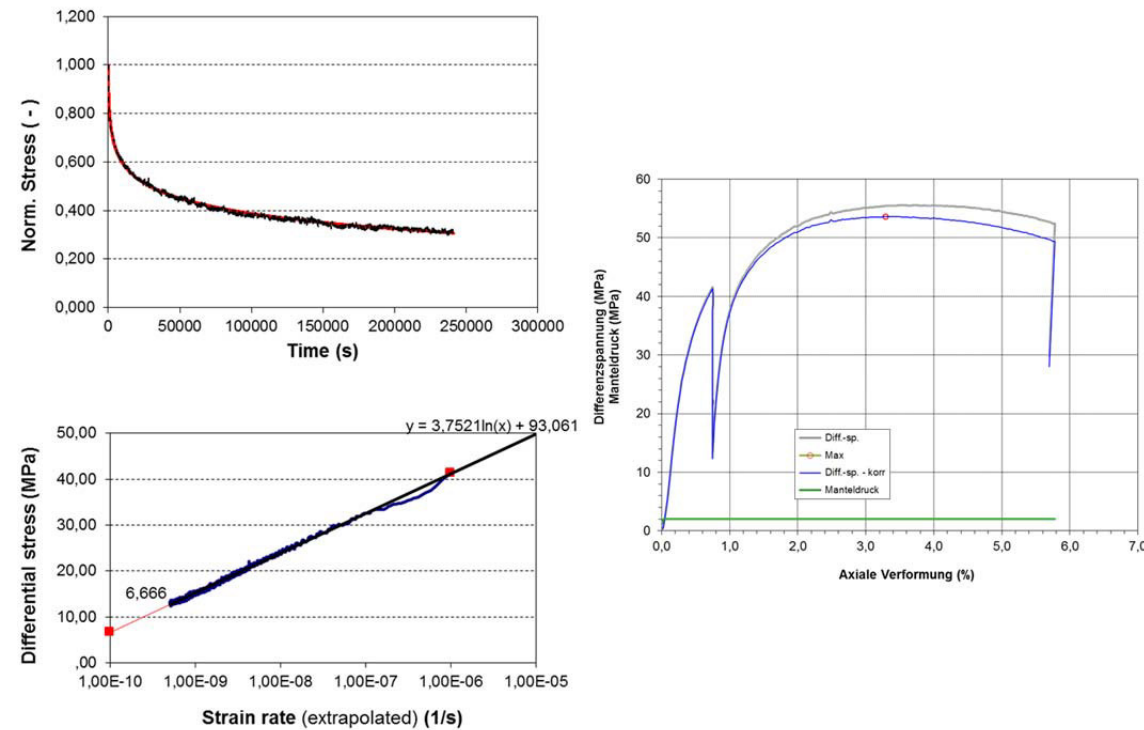
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



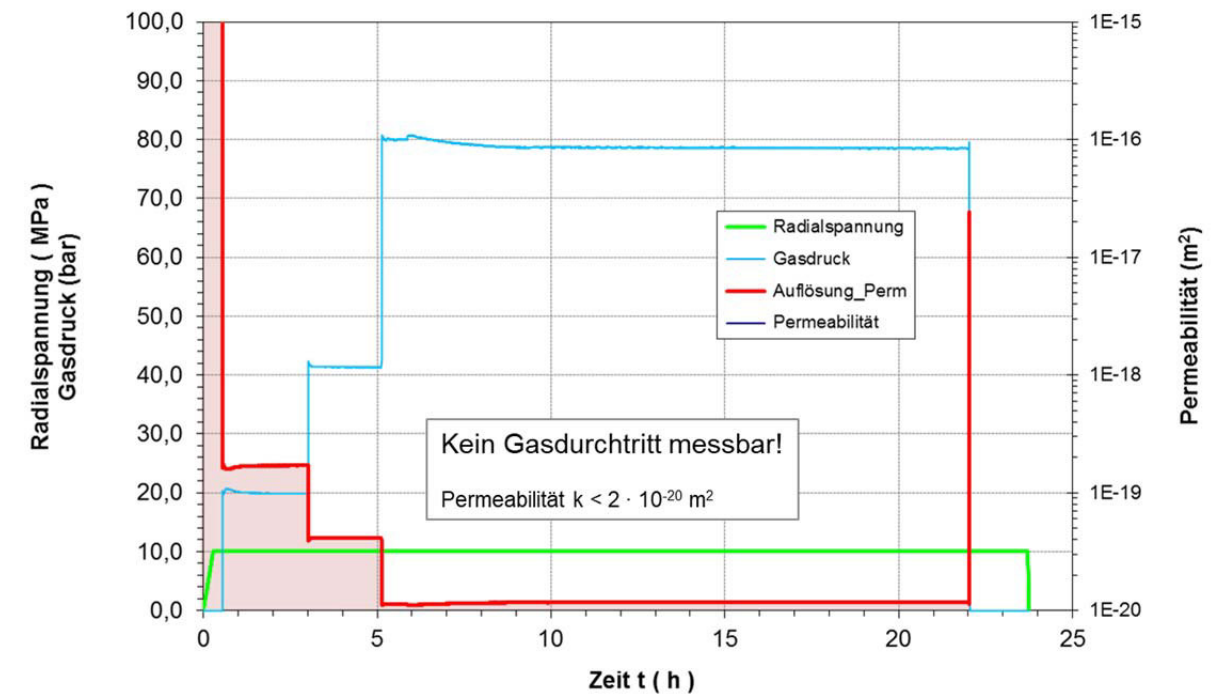
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch

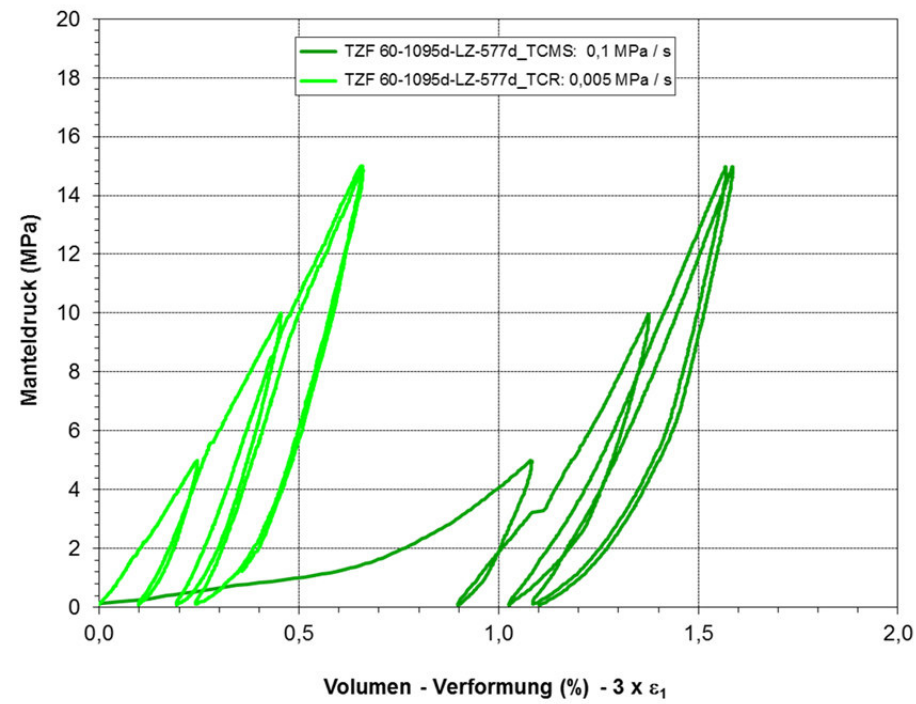


Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

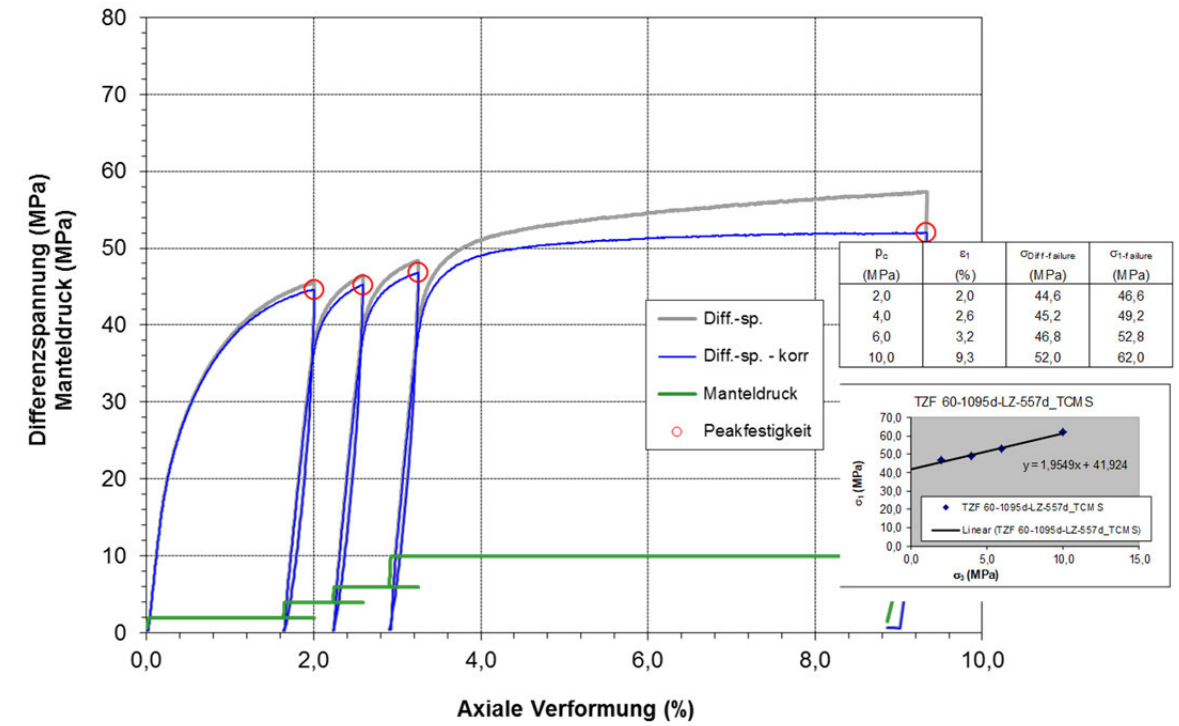


Anhang 6.16: Probe TZF 60-1095d-LZ-577d

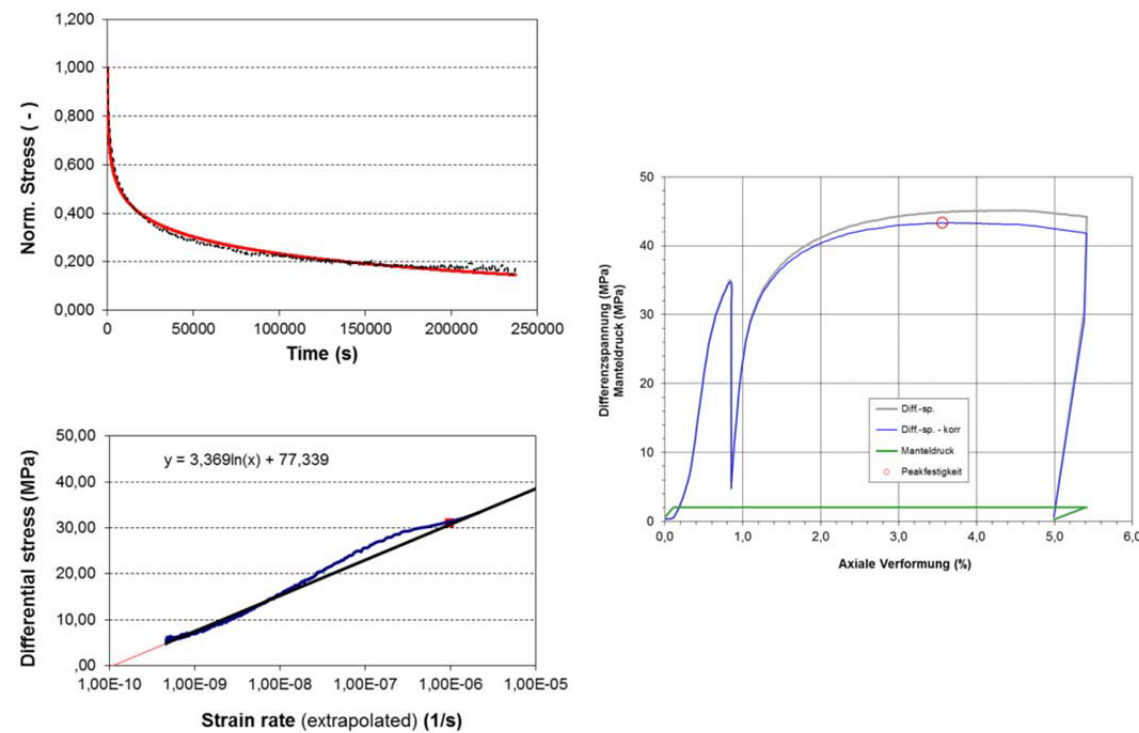
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



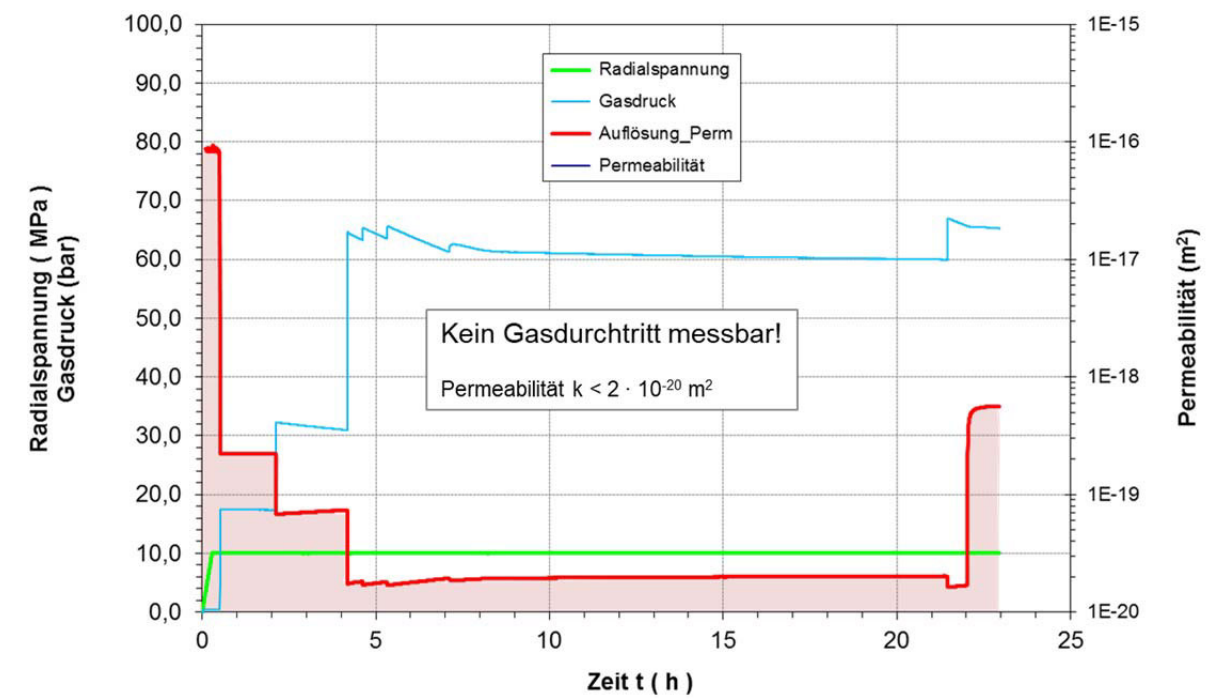
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)

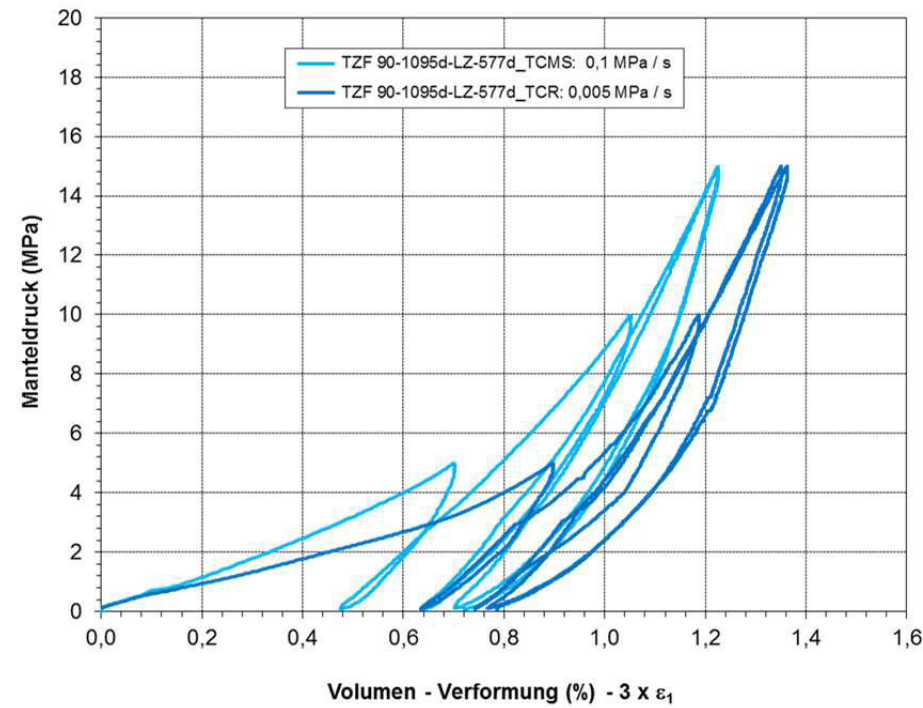




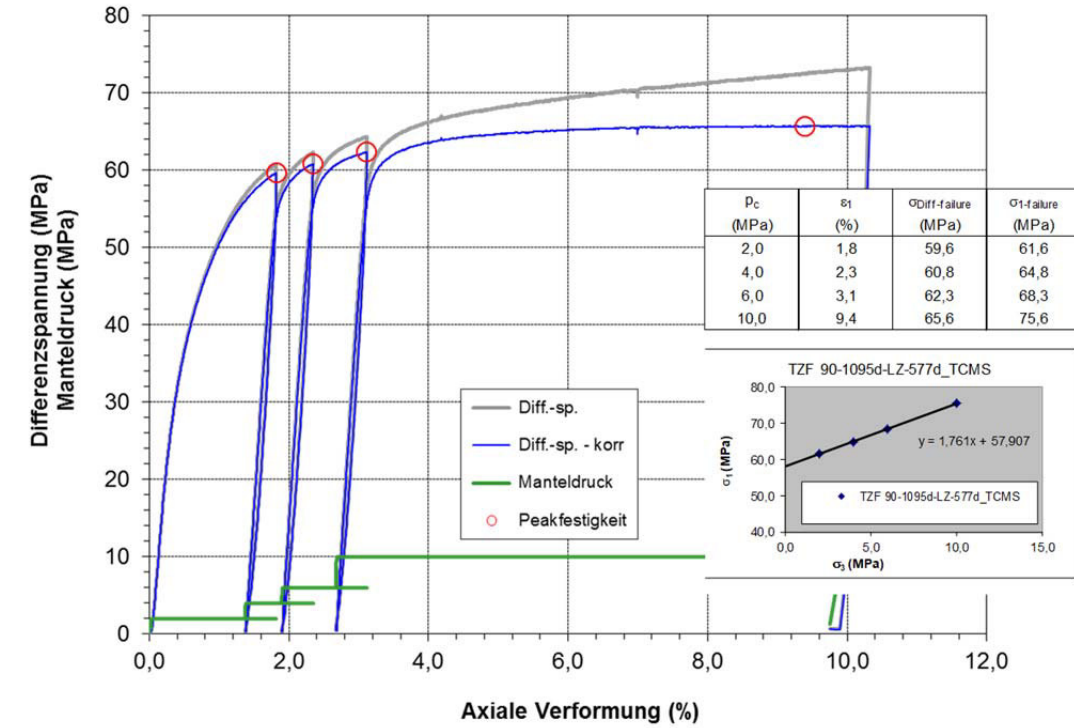
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 221 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.17: Probe TZF 90-1095d-LZ-577d

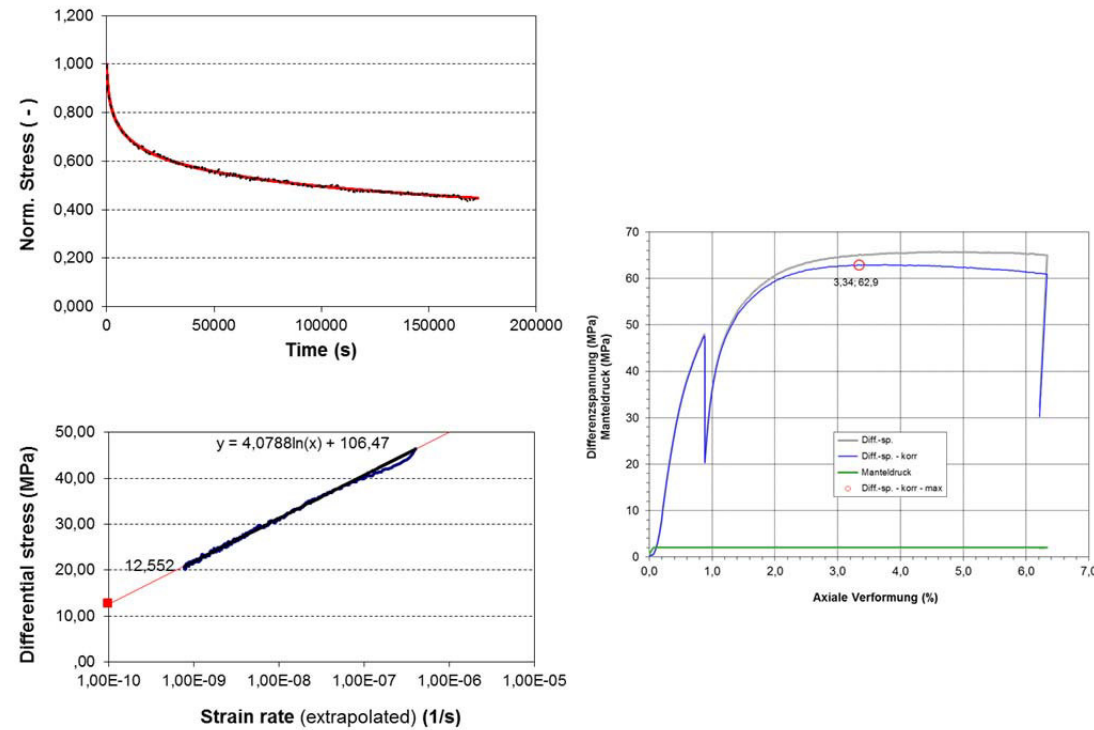
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



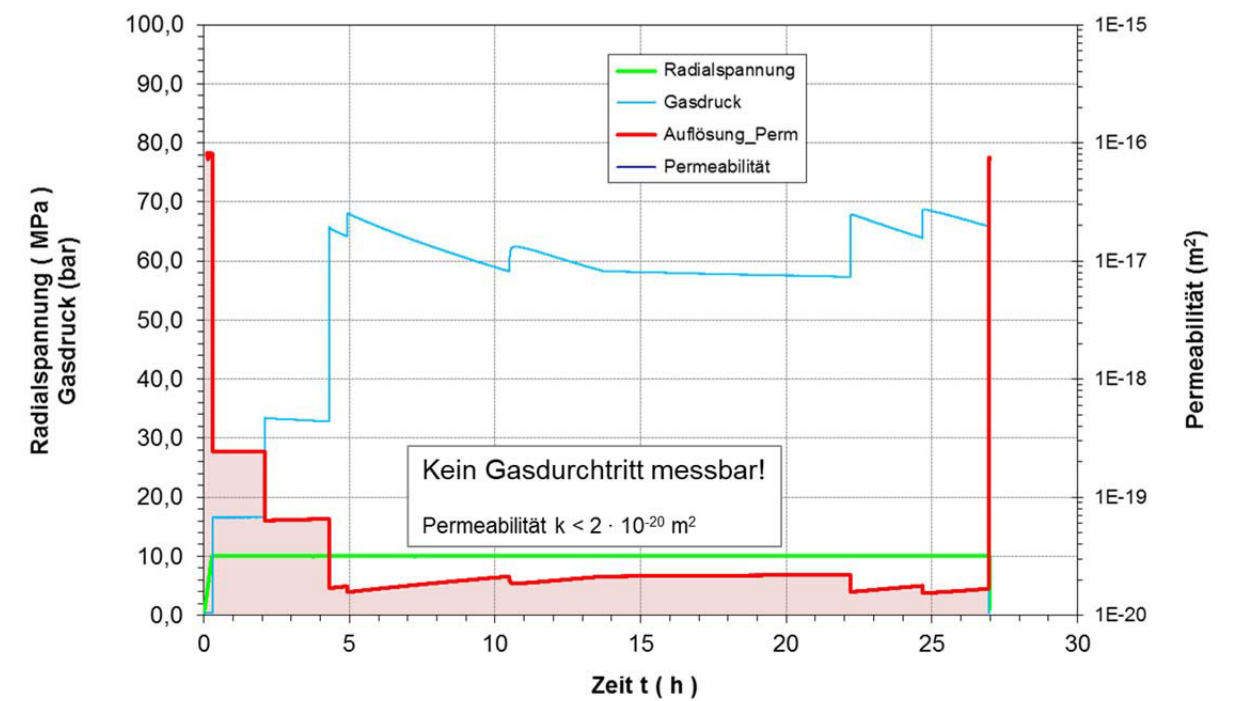
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik



Relaxationsversuch



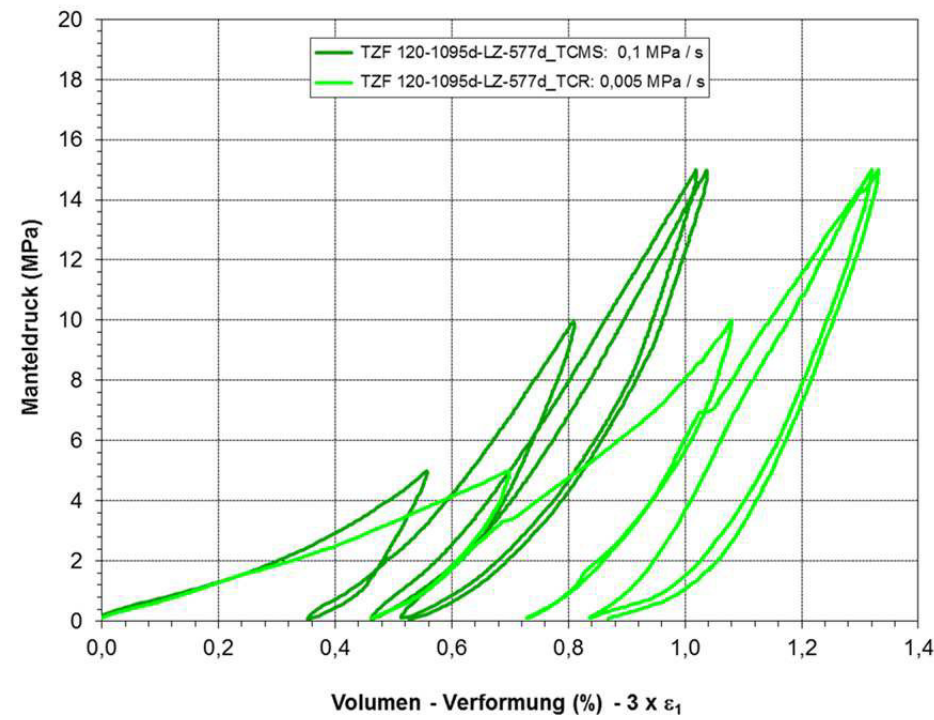
Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung ($\sigma_3 = 10$ MPa)



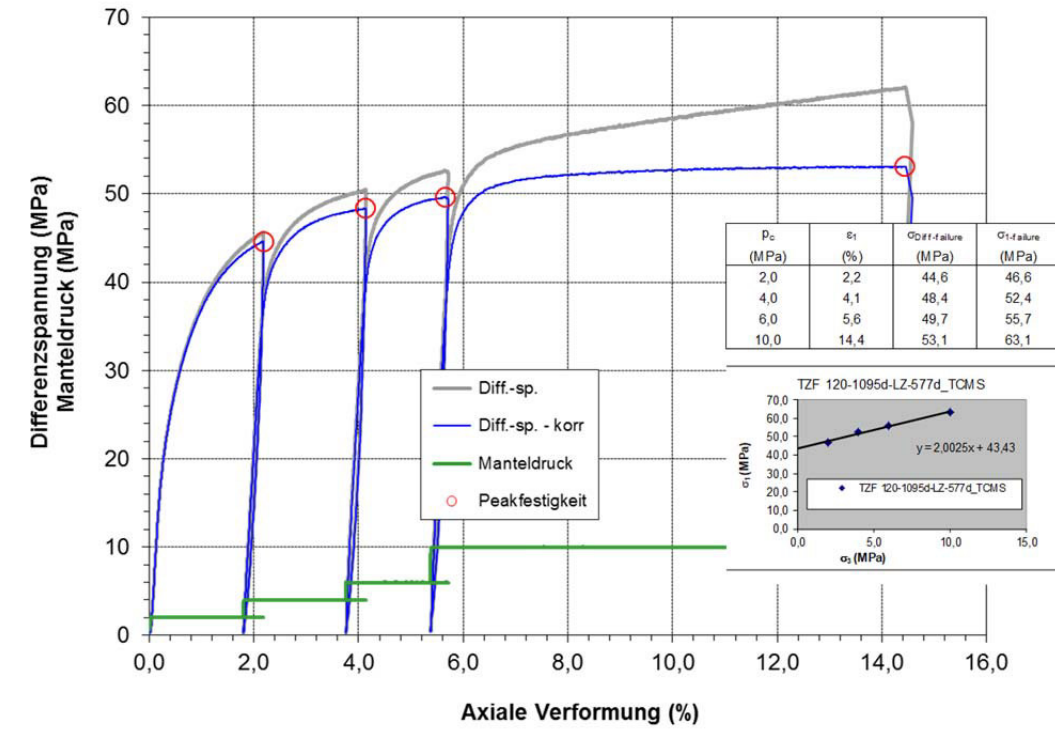
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 222 von 229 Stand: 10.08.2018
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	

Anhang 6.18: Probe TZF 120-1095d-LZ-577d

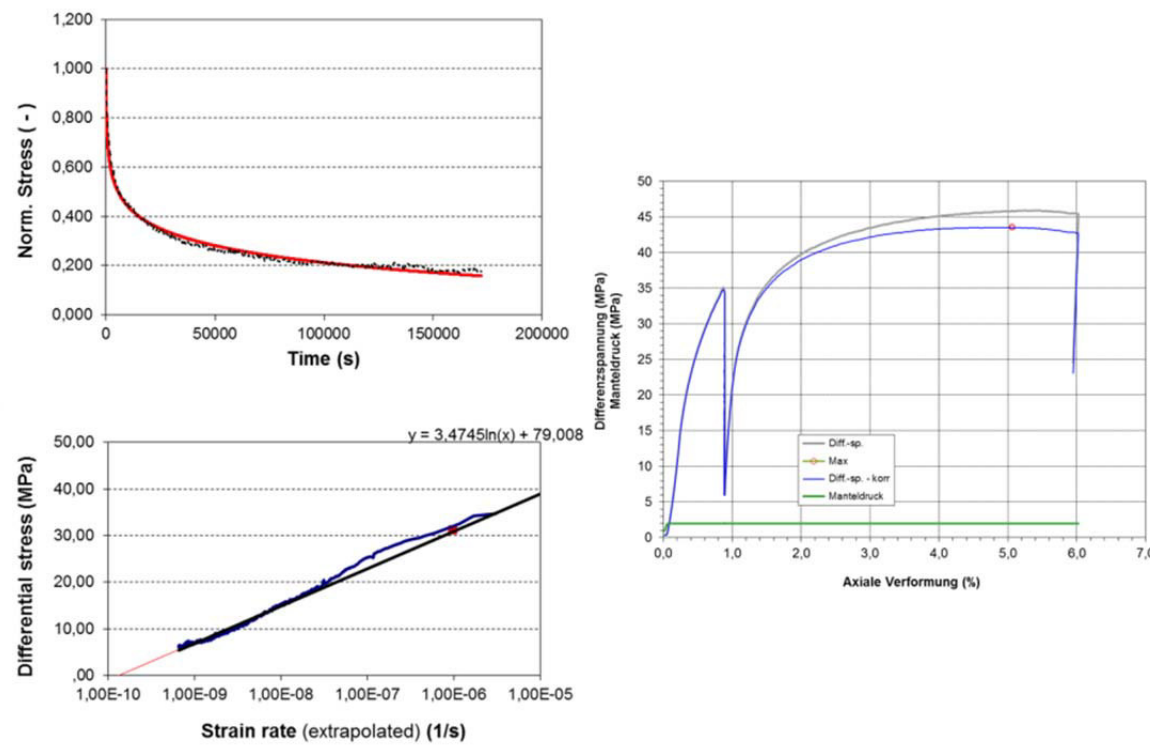
Isostatische Kompaktion unter triaxialen Druckbedingungen



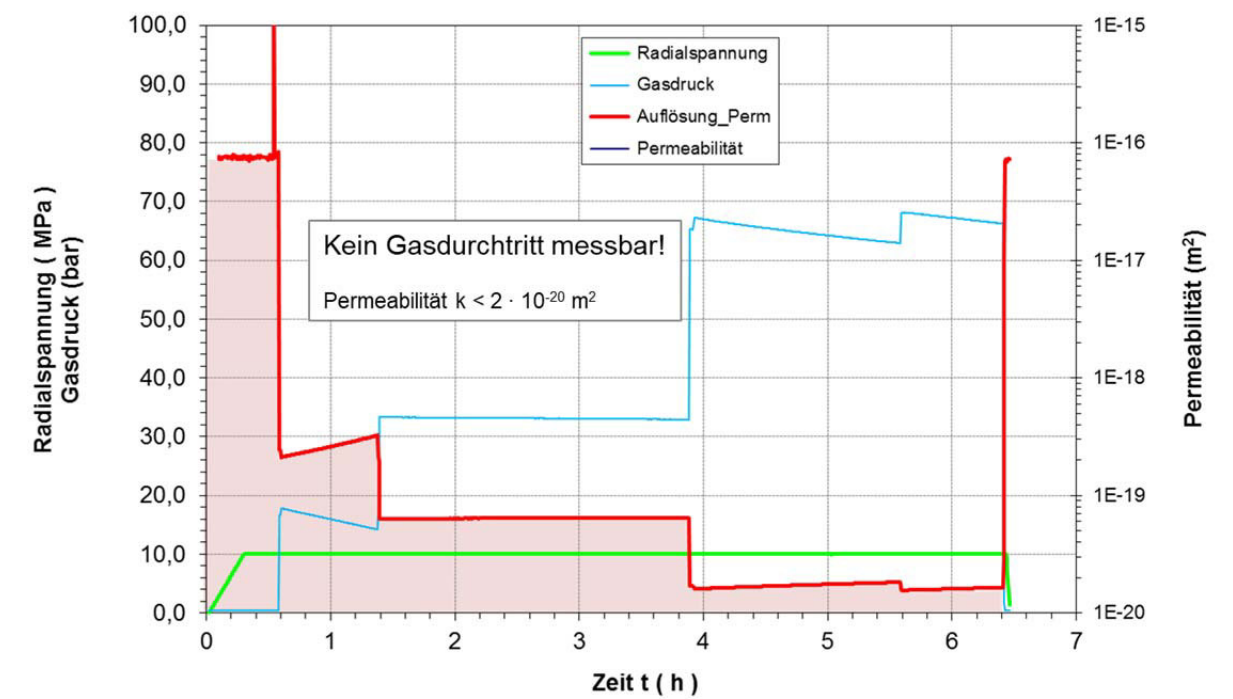
Triaxialer Festigkeitsversuch in Mehrstufentechnik




Relaxationsversuch



Permeabilitätsversuch unter triaxialer Einspannung (σ₃ = 10 MPa)



 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 223 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	


Anhang 7:

Trocknung von A1-Proben

Eine Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes von Sorelbaustoffproben, z.B. bei 105°C (nach DIN EN ISO 17892-1), ist nicht möglich, da es sich bei der eventuell im Baustoffgefüge enthaltenen Porenlösung nicht um Wasser, sondern um Salzlösung handelt, aus welcher beim Trocknen Salzphasen auskristallisieren, die sich im Fall von Hydraten zersetzen können. Die Sorelphasen (Bindemittelphasen) zersetzen sich bereits ab 50°C bis 60°C im offenen System im feinpulverisierten Zustand. Bereits bei der Präparation entsprechender Pulverproben beginnt die Porenlösung einzutrocknen. Ebenso kann es zur Aufnahme von Feuchtigkeit aus der Luft kommen, je nachdem, welche Ionenkonzentrationen und Wasseraktivität die Porenlösung aufweist.

Eine Trocknung kompakter Proben ist in endlicher Zeit ebenso nicht möglich. Mit der Ausfällung von Salzen werden evtl. porenlösungshaltige Lokationen verschlossen, abgesehen vom Anteil nicht offener Porenräume im Baustoffgefüge, deren eventuelle Lösungsvolumen prinzipiell nicht erfasst werden, es sei denn, die umgebende Bindemittelmatrix wird thermisch zersetzt.


Zur Veranschaulichung des Sachverhaltes wurden trockene und porenlösungshaltige A1-Proben pulverisiert und einer Trocknung bei 50°C für 6 Tage mit anschließender Erhöhung auf 60°C für 8 Tage sowie 70°C für 3 Tage unterzogen (Anhang-Tab. 1).

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 224 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

Anhang-Tab. 1: A1-Proben für Trocknungsversuche nach Abbinden sowie nach Lösungskontakt mit MgCl₂-Lösung

Probentyp	Probenbezeichnung, Anmerkungen		Einwaage in g	
TZF 120-Proben	TZF 120-R2-1460d, zum Zeitpunkt der Messung bereits 5 Jahre alt		Probe 1	3,3275
			Probe 2	3,0953
	TZF 120-1095d-LZ-577d	aus oberem Probekörperbereich	Probe 1	3,7919
			Probe 2	3,4777
		aus unterem Probekörperbereich	Probe 1	6,0939
			Probe 2	1,6431*
	TZF 120-R2-1095d, nach 2 Jahren drucklos in Lösung gelagert und somit vollständig durchfeuchtet		Probe 1	2,6937
			Probe 2	3,9878
TZF 90-Proben	TZF 90-R2-1460d, zum Zeitpunkt der Messung bereits 5 Jahre alt		Probe 1	2,9674
			Probe 2	3,4105
	TZF 90-1095d-LZ-577d	aus oberem Probekörperbereich	Probe 1	2,6429
			Probe 2	5,1003
		aus unterem Probekörperbereich	Probe 1	4,9739
			Probe 2	4,5351
TZF 60-Proben	TZF 60-R2-1460d, zum Zeitpunkt der Messung bereits 5 Jahre alt		Probe 1	4,3252
			Probe 2	3,2542
	TZF 60-1095d-LZ-577d	aus oberem Probekörperbereich	Probe 1	1,6023
			Probe 2	3,8145
		aus unterem Probekörperbereich	Probe 1	2,7080
			Probe 2	4,7202
* Probeneinwaage war zu gering für einen repräsentativen Probenausschnitt, wie die nachfolgenden Messdaten zeigten, und wurde deshalb verworfen.				

Die feinpulverisierten Proben wurden in Petrischalen (Ø 5 cm bis 8 cm) eingewogen und entsprechend dem Temperaturprofil in Anhang-Abb. 1 im Trockenschrank gelagert. Gleichzeitig wurde zusammen mit diesen A1-Proben auch pulverisierter Bischofit (MgCl₂ · 6H₂O) sowie eine leere Petrischale dem Ablauf beigestellt - den Bischofit, um den Beginn der Hydratwasser-

 BUNDESGESELLSCHAFT FÜR ENDLAGERUNG				Schachtanlage Asse II: Nachweis der Langzeitbeständigkeit für den Sorelbaustoff der Rezeptur A1			
Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 225 von 229	
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018	

absplattung parallel mit zu beobachten, und die leere Glasschale, um evtl. Wasserdampfadsorptionseffekte zu erfassen.

Im Trockenschrank wurde die Luftfeuchte bis 60°C miterfasst (wurde nicht separat wie in einem Klimaschrank geregelt), um zu zeigen, dass diese mit der Raumfeuchte korreliert und wie sich diese auf die Probentrocknung auswirkt.

Alle Messdaten sowie die thermische Abbaukurve der TZF 60-R1-1460d-Probe und deren Pulverdiffraktogrammausschnitte nach der 50°C-, 60°C- und 70°C-Trockenstufe sind in Anhang-Abb. 1 bis Anhang-Abb. 4 dargestellt.

Um vorab trockene Proben handelt es sich bei TZF 60-R1-1460d und TZF 90-R2-1460d. Diese weisen nach abgeschlossener Abbindereaktion neben 3-1-8 Phase noch 5-1-8 Phase auf. Letztere kann langfristig nur unter Ausschluss von Lösung existieren. Beide Proben waren neben der TZF 120-R2-1460d keinem Lösungskontakt ausgesetzt.

Für beide 5-1-8-Phase-haltigen trockenen Proben wird bei Trocknung bei 50°C jedoch bereits eine Masseabnahme zwischen 0,3% und 0,4% gemessen (Anhang-Abb. 1 und Anhang-Abb. 2). Diese resultiert aus der thermischen Zersetzung der beiden Bindemittelphasen, wie Anhang-Abb. 3 für die TZF 60-R1-1460d-Probe zeigt. Bei 50°C beträgt die Masseabnahme bei kontinuierlicher Heizrate von 1K/min im trockenen N₂-Strom für die feinpulverisierte 20 mg-Probe bereits 1%, bei 60°C 2,5% und bei 70°C 4%. Die nach jeder Temperaturstufe (50°C, 60°C, 70°C) aufgenommenen Röntgenpulverdiffraktogramme (Anhang-Abb. 4) zeigen, dass im Vergleich zur unbehandelten Probe mit Abnahme der Intensität des Hauptreflexes der 3-1-8 Phase bei 10,87°2Theta bereits der Hydratwasserverlust und damit eine Phasenumbildung beginnt, welche bei 70°C schon vollständig zur Bildung des Zwischenhydrates „3-1-5,4“ geführt hat.

Im Trockenschrank schwankt bzw. folgt die Masseänderung über die Zeit bei konstanter Temperatur der Luftfeuchte im Trockenschrank. Die schwankt zwischen 15% relativer Feuchte und 20% relativer Feuchte in Abhängigkeit von der Raumfeuchte, in der sich der Trockenschrank befindet. Die TZF 120-R2-1460d zeigt nur eine minimal geringere Abnahme um ca. 0,5%.

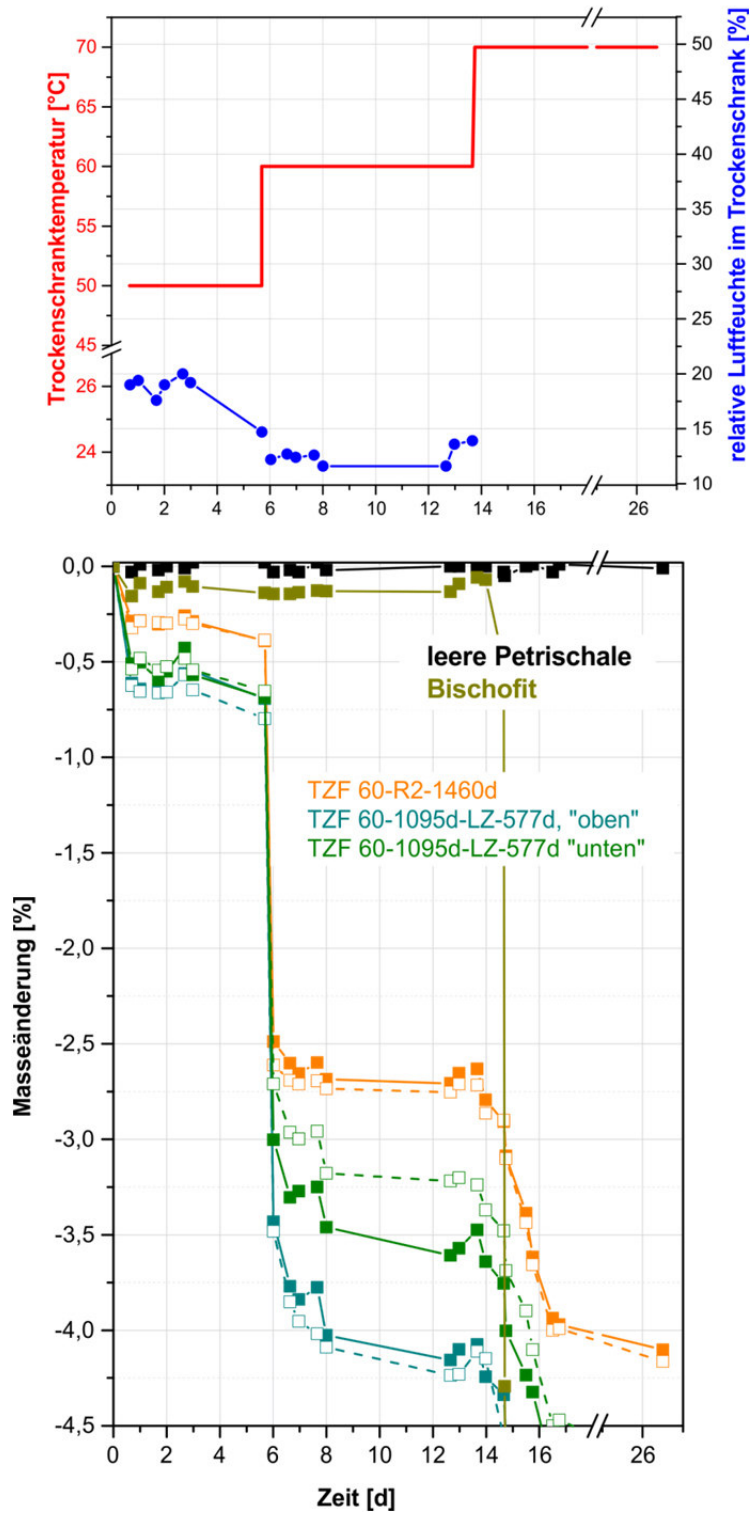
Für alle mit Lösung kontaktierten A1-Proben wurde erwartungsgemäß eine mehr oder weniger größere Masseabnahme registriert, je nach Lokation der Probenahme aus dem Probekörper (heterogen lösungshaltig, erwartungsgemäß „oben“ mehr Lösung als „unten“). Um eine vollständig lösungsgesättigte Probe handelt es sich bei „TZF 120-R2-1095d nach 2 Jahren drucklos in Lösung gelagert“. Aber auch für diese Probe kann der Anteil an Porenlösung nicht berechnet werden, da sich deren Eintrocknung mit der Zersetzung der Bindemittelphase überlagert, zudem mit der Eintrocknung Bischofit aus der Porenlösung kristallisiert, welcher ab 70°C wiederum dehydratisiert (Anhang-Abb. 1 und Anhang-Abb. 2).

Damit wird offensichtlich, dass eine Trocknung von Sorelbaustoffproben zur Bestimmung von Porenlösungsanteilen nur ungenaue (durch komplex überlagerte thermisch induzierte Prozesse), nicht belastbare Werte liefern würde.

In Untersuchungsberichten, welche Porenlösungsgehalte des Sorelbaustoffes (unabhängig von der Rezeptur) ausweisen, die durch Trocknung bestimmt wurden, handelt es sich daher um verfälschte Werte.

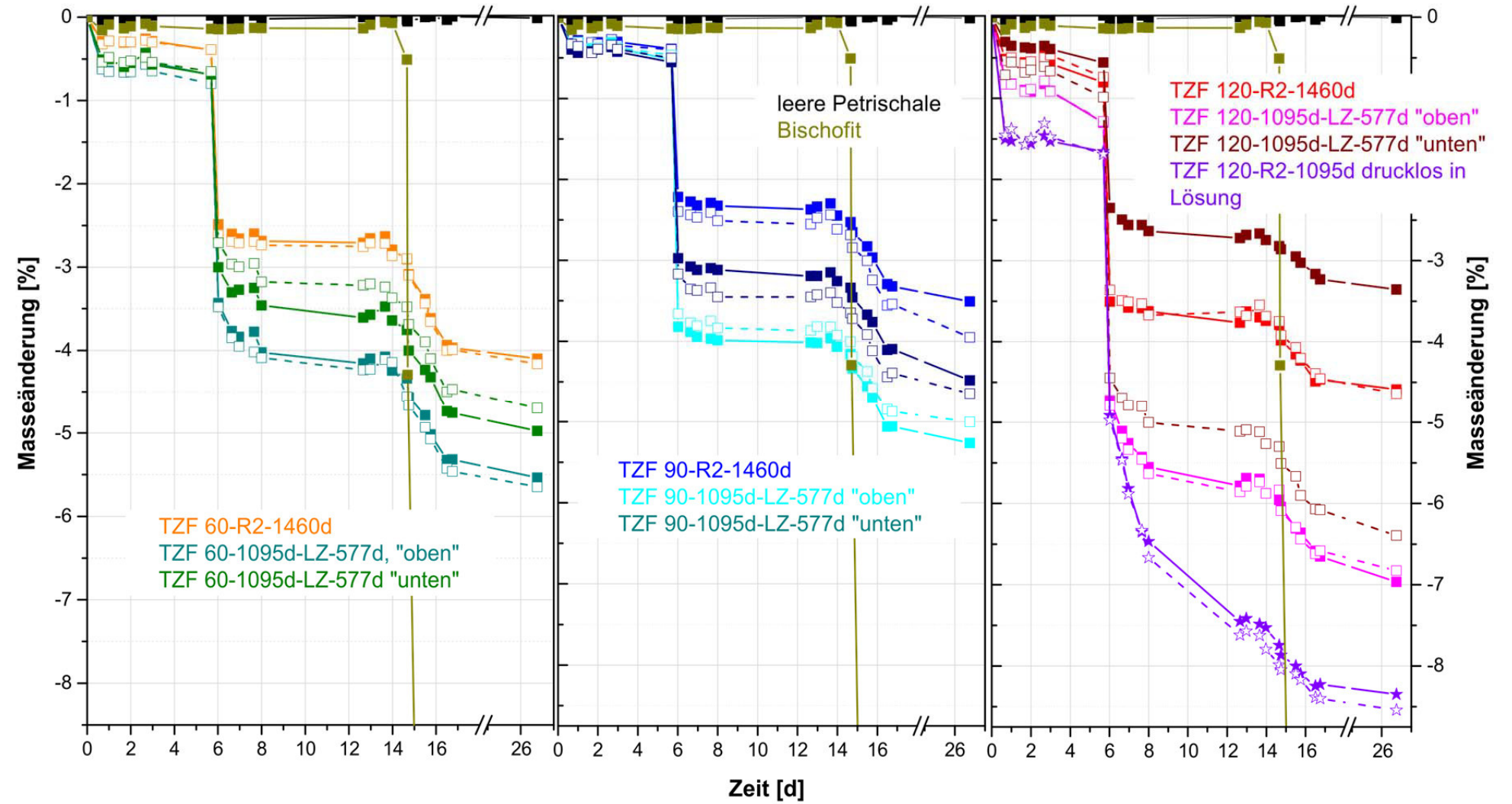
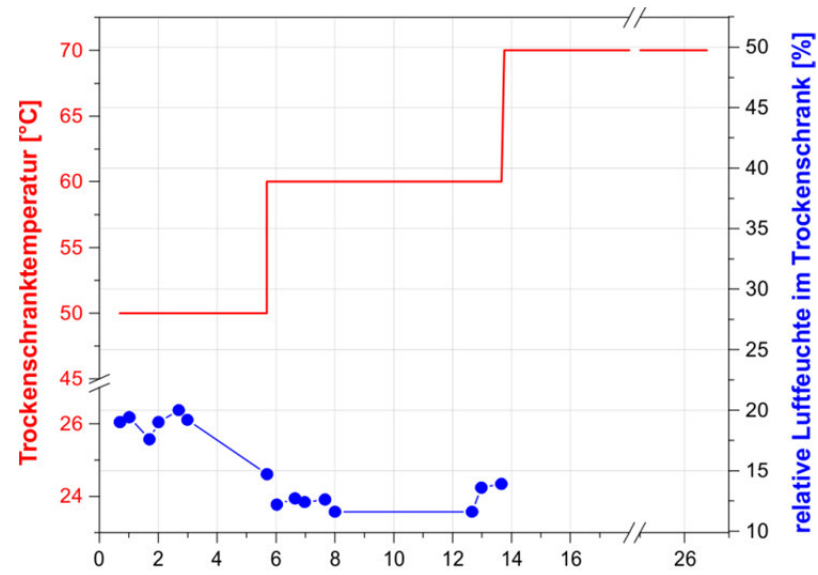


Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 226 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018



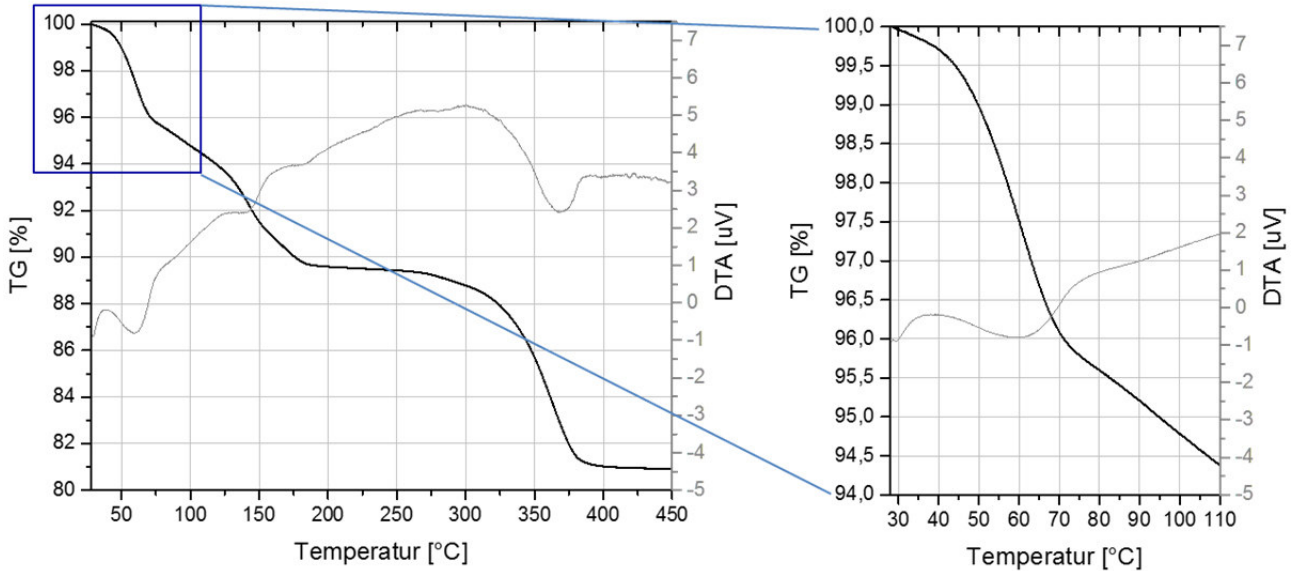
Anhang-Abb. 1: Temperaturprofil für die Trocknung der A1-Proben mit der über den Zeitraum der Trocknung bei 50°C und 60°C im Trockenschrank jeweils vorliegenden relativen Luftfeuchte (oben) und der dabei registrierten Masseänderungen der TZF 60-Proben (unten)

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.		Seite: 227 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN		
9A	33510000	GHS	TS	0001	00		Stand: 10.08.2018



Anhang-Abb. 2: Masseänderungen der A1-Proben (Anhang-Tab. 1) im Vergleich (für TZF 60-Proben zusammen mit Temperaturprofil bereits in Anhang-Abb. 7.1 enthalten)

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 228 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018

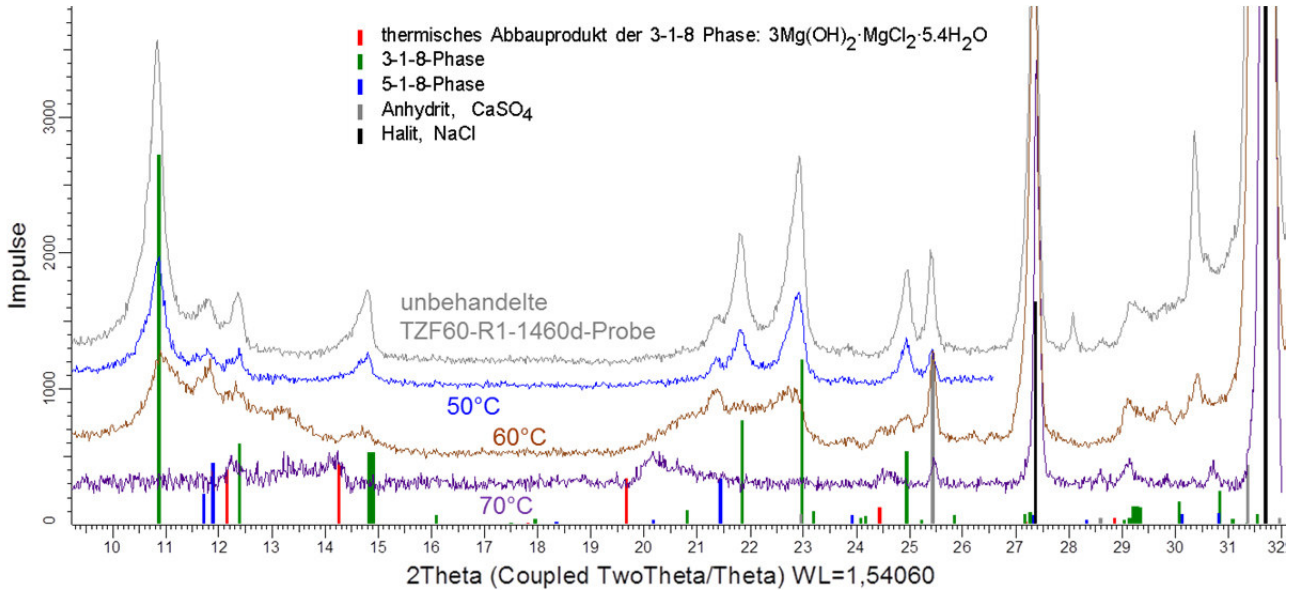


Anhang-Abb. 3: Thermische Abbaukurve (TG/DTA) der TZF 60-R1-1460d-Probe (Einwaage: 20,04 mg; Heizrate: 1K/min, offener Pt-Tiegel, Referenz: Al₂O₃, Spülgas: N₂ mit 300 mL/min)

Erklärung zur Abbildung:

Der vollständige Masseverlust einer reinen 3-1-8 Phase bis zur Zersetzung in MgO (400°C) beträgt 61,08%. Bei einem Anteil von 36 Ma.% 3-1-8 Phase im A1-Baustoff sind das 22 Ma.%. Die TZF 60-R1-1460-Probe enthält noch zwischen 1 Ma.% und 5 Ma.% 5-1-8 Phase. Folglich liegt der Masseverlust unter 22%.

Projekt	PSP-Element	Aufgabe	UA	Lfd. Nr.	Revtl.	Seite: 229 von 229
NAAN	NNNNNNNNNN	AAAA	AA	NNNN	NN	
9A	33510000	GHS	TS	0001	00	Stand: 10.08.2018



Anhang-Abb. 4: Vergleichender Ausschnitt aus den Röntgenpulverdiffraktogrammen der bei 50°C, 60°C und 70°C getrockneten TZF 60-R2-1460d-Probe sowie der unbehandelten Probe